(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire H25431AD2FD	POUR SUITE voir la notification de transmission du rapport de recherche internationale (formulaire PCT/ISA/220) et, le cas échéant, le point 5 ci-après  A DONNER				
Demande internationale n°	Date du dépôt int	ernational <i>(jour/mois/année)</i>	(Date de priorité (la (jour/mois/année)	plus ancienne)	
PCT/FR 00/00644	16	/03/2000		03/1999	
Déposant			<u> </u>		
ABSYS et al.					
Le présent rapport de recherche internati déposant conformément à l'article 18. Ur	ionale, établi par l'ad ne copie en est trans	Iministration chargée de la r mise au Bureau internationa	echerche internationa al.	ale, est transmis au	
Ce rapport de recherche internationale co	omprend3	feuilles.			
X II est aussi accompagné	d'une copie de chac	que document relatif à l'état	de la technique qui y	est cité.	
1 Pass division and	<del> </del>				
Base du rapport     a. En ce qui concerne la langue, la	recherche internation	onale a été effectuée sur la l	oase de la demande i	internationale dans la	
langue dans laquelle elle a été d	éposée, sauf indicat	ion contraire donnée sous le	même point.		
la recherche internationa	lle a été effectuée si	ur la base d'une traduction d	e la demande interna	tionale remise à l'administration.	
b. En ce qui concerne les séquenc la recherche internationale a été	effectuée sur la bas	e du listage des séquences	uées dans la demand :	le internationale (le cas échéant),	
contenu dans la demand	•		dinatour		
remis ultérieurement à l'a		us forme déchiffrable par ord forme écrite	ulliateur.		
		forme déchiffrable par ordin	ateur.		
·	uelle le listage des s	séquences présenté par écri		nent ne vas pas au-delà de la	
_	uelle les information	s enregistrées sous forme d	léchiffrable par ordina	ateur sont identiques à celles	
2. Il a été estimé que cert	aines revendicatio	ns ne pouvalent pas faire l	l'objet d'une rechere	che (voir le cadre I).	
3. Il y a absence d'unité d	<b>le l'invention</b> (voir l	e cadre II).			
4. En ce qui concerne le titre,	avil a átá ramia	· lo déposant			
Ie texte est approuvé tel Le texte a été établi par	•	-			
Le texte à ete établi pai	i auministration et a	ia tenedi Sulvante.			
5. En ce qui concerne l'abrégé,					
le texte est approuvé tel	qu'il a été remis pa	r le déposant			
le texte (reproduit dans l présenter des observation	ons à l'administration	ibli par l'administration confo n dans un délai d'un mois à	ormément à la règle 3 compter de la date d'	8.2b). Le déposant peut expédition du présent rapport	
de recherche internation 6. La figure des dessins à publier ave		ure n°	2		
suggérée par le déposai				Aucune des figures	
parce que le déposant n		gure.		n'est à publier.	
parce que cette figure ca	aractérise mieux l'in	vention.			



Demande Internationale No 00/00644

A. CLASSEME CIB 7	A61L2/14	ET DE LA	DEMANDE

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

#### B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) CIB 7 A61L H05H

. -

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 5 633 424 A (GRAVES CLINTON G ET AL) 27 mai 1997 (1997-05-27)	1-10,13, 20,21, 23-27, 29-31, 46-49
	abrégé colonne 2, ligne 26 - ligne 55 colonne 3, ligne 3 - ligne 62 colonne 6, ligne 14 - ligne 65	
X	US 5 200 158 A (JACOB ADIR) 6 avril 1993 (1993-04-06) colonne 2, ligne 35 - ligne 53 colonne 3, ligne 17 - ligne 38 colonne 5, ligne 33 - ligne 51 colonne 15, ligne 10 - ligne 13	1,4-6, 8-12

X Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	χ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe
<ul> <li>Catégories spéciales de documents cités:</li> <li>"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</li> <li>"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date</li> <li>"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)</li> <li>"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens</li> <li>"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée</li> </ul>	"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention  "X" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément  "Y" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier  "&" document qui fait partie de la même famille de brevets
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
8 juin 2000	16/06/2000
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internation Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk	nale Fonctionnaire autorisé
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Menidjel, R

			•
		·	
		·	
•			



C (assistant) Si	OCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS	
		no. des revendications visées
A, ,	FR 2 759 590 A (MICROONDES SYST SA) 21 août 1998 (1998-08-21) cité dans la demande	1-14, 20-32, 35,37, 40,41, 46-49
	<pre>page 7, ligne 15 -page 8, ligne 30 page 10, ligne 23 - ligne 31 page 12, ligne 17 - ligne 24 figure 1</pre>	
A	US 3 948 601 A (FRASER SHEILA J ET AL) 6 avril 1976 (1976-04-06)	1-15, 20-27, 29-31, 46-49
	abrégé colonne 1, ligne 11 - ligne 68 colonne 2, ligne 62 - ligne 65	
A	EP 0 474 137 A (ABTOX INC) 11 mars 1992 (1992-03-11) colonne 3, ligne 26 - ligne 45 colonne 8, ligne 37 - ligne 53 colonne 12, ligne 47 -colonne 13, ligne 3	1-12

·				. 3	•	
	·					

#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

inform patent family members

International Application No
PO 00/00644

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
US 5633424	A	27-05-1997	AU CA EP JP WO US	4962596 A 2208638 A 0800406 A 11501530 T 9621473 A 5920799 A	31-07-1996 18-07-1996 15-10-1997 09-02-1999 18-07-1996 06-07-1999
US 5200158	A	06-04-1993	US US US US US US AAU CAA CDE DE PPPROOSSSSUS US US US US US US US US US US US	4801427 A 4818488 A 5171525 A 5302343 A 5393490 A 5451368 A 5897831 A 117210 T 612644 B 1485388 A 1330700 A 1334330 A 3852799 D 3852799 T 592788 A 0303682 A 0596861 A 0596861 A 0596862 A 1502883 T 4031708 B 9700508 B 884722 A 8806459 A 4917586 A 4931261 A 4909995 A 4898715 A 4943417 A 5087418 A	31-01-1989 04-04-1989 15-12-1992 12-04-1994 28-02-1995 19-09-1995 27-04-1999 15-02-1995 18-07-1991 26-09-1988 19-07-1994 14-02-1995 02-03-1995 27-07-1995 25-10-1988 22-02-1989 11-05-1994 11-05-1994 05-10-1989 27-05-1992 13-01-1997 23-12-1988 07-09-1988 17-04-1990 05-06-1990 20-03-1990 06-02-1990 24-07-1990 11-02-1992
FR 2759590	Α	21-08-1998	 AU WO	4976920 A 	11-12-1990  08-09-1998 20-08-1998
US 3948601	A	06-04-1976	DE DE DE FR FR GB JP	2355474 A 2365312 A 2365313 A 2209586 A 2219792 A 1404089 A 49089396 A	12-06-1974 19-09-1974 27-03-1975 05-07-1974 27-09-1974 28-08-1975 27-08-1974
EP 0474137	A	11-03-1992	US US CA DE DE JP JP US	5084239 A 5244629 A 2050368 A 69120174 D 69120174 T 2780228 B 5317390 A 5413758 A 5645796 A	28-01-1992 14-09-1993 01-03-1992 18-07-1996 21-11-1996 30-07-1998 03-12-1993 09-05-1995 08-07-1997

			,	
			•	
	·			
	·			
	*:			

## TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

Expéditeur: L'ADMINISTRATION CHARGEE DE LA RECHERCHE INTERNATIONALE Destinataire NOTIFICATION DE TRANSMISSION DU CABINET BEAU DE LOMENIE RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE A l'att. de David, Alain. OU DE LA DECLARATION 158, rue de l'Université F-75340 Paris Cedex 07 FRANCE (règle 44.1 du PCT) , PR Date d'expédition (jour/mois/année) 16/06/2000 Référence du dossier du déposant ou du mandataire POUR SUITE A DONNER H25431AD2FD voir les paragraphes 1 et 4 ci-après Demande internationale nº Date du dépôt international PCT/FR 00/00644 (jour/mois/année) 16/03/2000 Déposant ABSYS et al. 1. X Il est notifié au déposant que le rapport de recherche internationale a été établi et lui est transmis ci-joint. Dépôt de modifications et d'une déclaration selon l'article 19 : Le déposant peut, s'il le souhaite, modifier les revendications de la demande internationale (voir la règle 46): Quand? Le délai dans lequel les modifications doivent être déposées est de deux mois à compter de la date de transmission du rapport de recherche internationale : pour plus de précisions, voir cependant les notes figurant sur la feuille d'accompagnement. Où? Directement auprès du Bureau international de l'OMPI 34. chemin des Colombettes 1211 Genève 20. Suisse n° de télécopieur: (41-22)740.14.35 Pour des instructions plus détaillées, voir les notes sur la feuille d'accompagnement. Il est notifié au déposant qu'il ne sera pas établi de rapport de recherche internationale et la déclaration à cet effet, prévue à l'article 17.2)a). est transmise ci-joint. En ce qui concerne la réserve pouvant être formulée, conformément à la règle 40.2, à l'égard du paiement d'une ou de plusieurs taxes additionnelles, il est notifié au déposant que la réserve ainsi que la décision y relative ont été transmises au Bureau international en même temps que la requête du déposant tendant à ce que le texte de la réserve et celui de la décision en question soient notifiés aux offices désignés la réserve n'a encore fait l'objet d'aucune décision; dès qu'une décision aura été prise, le déposant en sera avisé. 4. Mesure(s) consécutive(s) : Il est rappelé au déposant ce qui suit: Peu après l'expiration d'un délai de 18 mois à compter de la date de priorité, la demande internationale sera publiée par le Bureau international. Si le déposant souhaite éviter ou différer la publication, il doit faire parvenir au Bureau international une déclaration de retrait de la demande internationale, ou de la revendication de priorité, conformément aux règles

de la phase nationale auprès de tous les offices désignés qui n'ont pas été élus dans la demande d'examen préliminaire international ou dans une élection ultérieure avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité ou qui ne pouvaient pas être élus parce qu'ils ne sont pas liés par le chapitre II.				
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la	Fonctionnaire autorisé			

Dans un délai de 20 mois à compter de la date de priorité, le déposant doit accomplir les démarches prescrites pour l'ouverture

90bis.1 et 90bis.3, respectivement, avant l'achèvement de la préparation technique de la publication internationale. Dans un délai de 19 mois à compter de la date de priorité, le déposant doit présenter la demande d'examen préliminaire international s'il souhaite que l'ouverture de la phase nationale soit reportée à 30 mois à compter de la date de priorité

(ou même au-delà dans certains offices).

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL-2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016

Jaap Hurenkamp

·		. •	•
	•		

# TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS PCT

#### RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

Référence du do	ssier du déposant ou	POUR SUITE	voir la notification de trans	smission du rappor	t de recherche internationale
du mandataire H25431AD2F	n	A DONNER	(formulaire PCT/ISA/220)	et. le cas échéant.	le point 5 ci-après
Demande interna	_	<u> </u>	rnational(jour/mois/année)	(Date de priorité	(la plus ancienne)
PCT/FR 00/	00644	16/	03/2000	1 -	6/03/1999
Déposant		<u></u>			010311777
ABSYS et a	1.				
				· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
Le présent rapp déposant confor	ort de recherche internatio mément à l'article 18. Une	nale, établi par l'adn copie en est transn	ninistration chargée de la re nise au Bureau internationa	echerche internatio il.	onale, est transmis au
Ce rapport de re	echerche internationale cor	mprend3_	feuilles.		
		_	e document relatif à l'état d	le la technique qui	v est citá
	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			e ia toorii iique qu.	y esi che.
Base du rap					
a. En ce qu langue d	ii concerne la <b>langue,</b> la re lans laquelle elle a été dép	echerche internation posée, sauf indication	ale a été effectuée sur la ba n contraire donnée sous le	ase de la demande même point.	e internationale dans la
	a recherche internationale	a été effectuée sur	la base d'une traduction de	la demande interr	nationale remise à l'administration
b. En ce qu	il concerne les séquences	s de nucléotides ou	d'acides aminés divulgue	ées dans la deman	ide internationale (le cas échéant
	rche internationale a ete ef contenu dans la demande i	nectuee sur la base	du listage des sequences :		
			forme déchiffrable par ordi	nateur.	
	emis ultérieurement à l'adi				
			rme déchiffrable par ordinal	teur.	
<u></u>		lle le listage des séc	uences présenté par écrit a		ment ne vas pas au-delà de la
<u></u> Γ	•	lle les informations e	enregistrées sous forme déc	chiffrable par ordin	ateur sont identiques à celles
			ne pouvaient pas faire l'o	bjet d'une recher	che (voir le cadre I).
	y a absence d'unité de l'				,
4. En ce qui con	ncerne le titre,				
	e texte est approuvé tel qu'	'il a été remis par le	dénosant		
	e texte a été établi par l'ad				
	cerne l'abrégé,				
	texte est approuvé tel qu'i				
<u> </u>	texte (reproduit dans le ca résenter des observations à recherche internationale.	a raummistration da	oar l'administration conform ns un délai d'un mois à con	iément à la règle 3 npter de la date d'e	8.2b). Le déposant peut expédition du présent rapport
	dessins à publier avec l'a		۱°	2	_
X su	iggérée par le déposant.				Aucune des figures
pa	arce que le déposant n'a pa	as suggéré de figure	٠.		n'est à publier.
pa	arce que cette figure caraci	térise mieux l'inventi	on.		

					•	156
			·			



A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMA CIB 7 A61L2/14

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) CIB 7 A61L H05H

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

Catégorie 3	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X X	US 5 633 424 A (GRAVES CLINTON G ET AL) 27 mai 1997 (1997-05-27)	1-10,13, 20,21, 23-27, 29-31, 46-49
	abrégé colonne 2, ligne 26 - ligne 55 colonne 3, ligne 3 - ligne 62	40 49
x	colonne 6, ligne 14 - ligne 65  US 5 200 158 A (JACOB ADIR)	
	6 avril 1993 (1993-04-06) colonne 2, ligne 35 - ligne 53 colonne 3, ligne 17 - ligne 38 colonne 5, ligne 33 - ligne 51 colonne 15, ligne 10 - ligne 13	1,4-6,8-12
	-/	

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	X Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe					
° Catégories spéciales de documents cités:						
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international	"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention					
ou après cette date	"X" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut					
Cument pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)	inventive par rapport au document considéré isolément  "Y" document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée					
"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens	ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres					
"P" document publié avant la date de dépôt interpational, mais	documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier					
posterieurement à la date de priorité revendiquée	"&" document qui fait partie de la même famille de brevets					
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale					
8 juin 2000	16/06/2000					
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk	e Fonctionnaire autorisé					
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Menidjel, R					
Formulaire PCT/ISA/210 (deuxième fouille) (inille) 1992)						

					<b>,</b>	در.
		,				
			٠			

Demande In		
PCR	00/00644	

Catégorie 3	OCUMENTS CONSIDERES COM ERTINENTS	
Juligone	Identification des documents cités, avec,le cas échéant, l'indicationdes passages pertir	no. des revendications vise
A	FR 2 759 590 A (MICROONDES SYST SA) 21 août 1998 (1998-08-21) cité dans la demande	1-14, 20-32, 35,37, 40,41, 46-49
	<pre>page 7, ligne 15 -page 8, ligne 30 page 10, ligne 23 - ligne 31 page 12, ligne 17 - ligne 24 figure 1</pre>	46-49
A	US 3 948 601 A (FRASER SHEILA J ET AL) 6 avril 1976 (1976-04-06)	1-15, 20-27, 29-31, 46-49
	abrégé colonne 1, ligne 11 - ligne 68 colonne 2, ligne 62 - ligne 65	
1	EP 0 474 137 A (ABTOX INC) 11 mars 1992 (1992-03-11) colonne 3, ligne 26 - ligne 45 colonne 8, ligne 37 - ligne 53 colonne 12, ligne 47 -colonne 13, ligne 3	1-12

		* ">
,		
	·	

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets R 00/00644 Document brevet cité Date de Membre(s) de la Date de au rapport de recherche publication famille de brevet(s) publication US 5633424 Α 27-05-1997 ΑU 4962596 A 31-07-1996 CA 2208638 A 18-07-1996 ΕP 0800406 A 15-10-1997 JP 11501530 T 09-02-1999 WO 9621473 A 18-07-1996 US 5920799 A 06-07-1999 US 5200158 06-04-1993 US 4801427 A 31-01-1989 US 4818488 A 04-04-1989 US 5171525 A 15-12-1992 US 5302343 A 12-04-1994 5393490 A US 28-02-1995 US 5451368 A 19-09-1995 US 5897831 A 27-04-1999 ΑT 117210 T 15-02-1995 ΑU 612644 B 18-07-1991 AU 1485388 A 26-09-1988 CA 1330700 A 19-07-1994 CA 1334330 A 14-02-1995 DE 3852799 D 02-03-1995 DΕ 3852799 T 27-07-1995 DK 592788 A 25-10-1988 EP 0303682 A 22-02-1989 EP 0596861 A 11-05-1994 ΕP 0596862 A 11-05-1994 JP 1502883 T 05-10-1989 JP 4031708 B 27-05-1992 KR 9700508 B 13-01-1997 NO 884722 A 23-12-1988 WO 8806459 A 07-09-1988 US 4917586 A 17-04-1990 US 4931261 A 05-06-1990 US 4909995 A 20-03-1990 US 4898715 A 06-02-1990 US 4943417 A 24-07-1990 US 5087418 A 11-02-1992 US 4976920 A 11-12-1990 FR 2759590 21-08-1998 ΑU 6627698 A 08-09-1998 9835708 A WO 20-08-1998 US 3948601 Α 06-04-1976 DE 2355474 A 12-06-1974 2365312 A DE 19-09-1974 DE 2365313 A 27-03-1975 FR 2209586 A 05-07-1974 FR 2219792 A 27-09-1974 GB 1404089 A 28-08-1975 JP 49089396 A 27-08-1974 EP 0474137 Α 11-03-1992 US 5084239 A 28-01-1992 US 5244629 A 14-09-1993 CA 2050368 A 01-03-1992 DE 69120174 D 18-07-1996 DE 69120174 T 21-11-1996 JP 2780228 B 30-07-1998 JP 5317390 A 03-12-1993 US 5413758 A 09-05-1995 US 5645796 A 08-07-1997 Formulaire PCT/ISA/210 (annexe lamilles de brevets) (juillet 1992)

Demande Internationale No

. .



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets 7 : A61L 2/14

**A1** 

(11) Numéro de publication internationale:

WO 00/54819

(43) Date de publication internationale:21 septembre 2000 (21.09.00)

(21) Numéro de la demande internationale:

PCT/FR00/00644

(22) Date de dépôt international:

16 mars 2000 (16.03.00)

(30) Données relatives à la priorité:

99/03200

16 mars 1999 (16.03.99)

FR

(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): ABSYS [FR/FR]; 361, avenue du Général de Gaulle, F-92147 Clamart (FR).

(72) Inventeurs; et

- (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): BOUSQUET, Séverine [FR/FR]; 6, allée du Port Royal, F-91190 Gif sur Yvette (FR). DESTREZ, Philippe [FR/FR]; 29, rue des Coutures, F-92190 Meudon (FR). JAFFREZIC, Marie-Pierre [FR/FR]; 60, rue de Villacoublay, F-78140 Velizy (FR). PERRUCHOT, François [FR/FR]; 238, rue de la Convention, F-75015 Paris (FR).
- (74) Mandataires: DAVID, Alain etc.; Cabinet Beau de Loménie, 158, rue de l'Université, F-75340 Paris Cedex 07 (FR).

(81) Etats désignés: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée

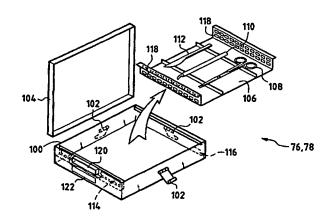
Avec rapport de recherche internationale.

(54) Title: METHOD AND DEVICES FOR STERILISATION BY PLASMA

(54) Titre: PROCEDE ET DISPOSITIFS DE STERILISATION PAR PLASMA

#### (57) Abstract

The invention concerns a method for sterilisation by plasma of at least a object which consists in: placing the object(s) to be treated (50) in a treating chamber (10) substantially subjected to atmospheric pressure; introducing in said treating chamber one or several non-biocidal gas mixtures whereof at least one contains moisture; generating a plasma producing species from one of the gas mixtures by generating at least with a high voltage power supply (38) an electric discharge between a high voltage electrode (36) and a ground electrode (40), said electrodes being placed in said treating chamber; driving the plasma species outside the inter-electrode zone (30), towards the surface of the object(s) to be treated (50); and discharging the gas residues derived from the treatment outside the treating chamber. Moisture is directly introduced at the object to be treated or into the inter-electrode zone. The gas mixture contains at least 10 % of oxygen and 10 % of nitrogen and it preferably consists of ambient air. A relative moisture content ranging between 50 % and 100 % is present at the object to be treated. The invention



also concerns various devices for implementing said method in particular for sterilising all types of medical objects.

#### (57) Abrégé

Procédé de stérilisation par plasma d'au moins un objet dans lequel on place le ou les objets à traiter (50) dans une enceinte de traitement (10) soumise sensiblement à la pression atmosphérique, on introduit dans cette enceinte de traitement un ou plusieurs mélanges gazeux non-biocides dont l'un au moins contient de l'humidité, on crée un plasma produisant des espèces chimiques à partir d'un des mélanges gazeux en générant au moyen d'une alimentation haute tension (38) une décharge électrique entre une électrode à haute tension (36) et une électrode de masse (40), ces électrodes étant placées dans cette enceinte de traitement, on achemine les espèces chimiques du plasma en dehors de la zone inter-électrodes (30), vers la surface du ou des objets à traiter (50), et on évacue les résidus gazeux du plasma en dehors de l'enceinte de traitement. L'humidité est introduite directement au niveau de l'objet à traiter ou dans la zone inter-électrodes. Le mélange gazeux contient au moins 10 % d'oxygène et 10 % d'azote et il est de préférence constitué par de l'air ambiant. Un taux d'humidité relative compris entre 50 % et 100 % est présent au niveau de l'objet à traiter. La présente invention concerne également différents dispositifs pour la mise en œuvre de ce procédé permettant notamment la stérilisation de tous types d'objets médicaux.

## UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

WO 00/54819 PCT/FR00/00644

#### Procédé et dispositifs de stérilisation par plasma

La présente invention se rapporte au domaine général de la stérilisation d'objets et de surfaces de toute nature et de toute forme et elle concerne plus particulièrement un procédé et différents dispositifs de stérilisation par plasma fonctionnant à température ambiante et à pression atmosphérique.

#### Art antérieur

5

10

15

20

25

30

La stérilisation correspond à un niveau de qualité bien précis dans les milieux médicaux et agro-alimentaires. Dans le milieu médical, elle désigne une destruction de tous les micro-organismes quelle que soit leur nature. Selon la Pharmacopée Européenne, un objet peut être considéré comme stérile si la probabilité qu'un micro-organisme viable y soit présent est inférieure ou égale à  $10^{-6}$ . Le temps de stérilisation est le temps nécessaire pour stériliser un objet « normalement contaminé », c'est-à-dire contenant  $10^6$  spores bactériennes. Ainsi, la stérilisation d'un objet correspond à une réduction de la population initiale de spores bactériennes présentes sur cet objet de  $10^6$  spores à  $10^{-6}$  spores soit une réduction logarithmique de 12 décades.

Actuellement, il existe de nombreux procédés permettant de rendre et de garder des objets stériles. L'article de Philip M Schneider paru dans le volume 77 du Tappi Journal de Janvier 1994 en pages 115 à 119 en donne un aperçu relativement exhaustif. Toutefois, Mr Schneider termine son propos sur le constat qu'il n'existe pas aujourd'hui une méthode de stérilisation idéale à basse température (c'est à dire à moins de 80°C), c'est à dire qui soit d'une grande efficacité, d'une action rapide et d'une forte pénétration, qui soit en outre non toxique, compatible avec de nombreux matériaux notamment les matériaux organiques et qui puisse être mise en oeuvre simplement avec de faibles coûts.

En outre, l'état stérile d'un objet doit être maintenu par un emballage spécifique qui doit être compatible avec la méthode de stérilisation employée (perméable à l'agent stérilisant) et empêcher la pénétration de micro-organismes pendant les phases de transport et de stockage, afin de garantir la stérilité de l'instrument lors d'une prochaine utilisation.

Les procédés de stérilisation actuels sont basés essentiellement sur l'effet de la chaleur ou sur l'action de gaz biocides.

5

10

15

20

25

30

L'autoclave, qui repose sur l'action de la chaleur humide à haute température (au moins 121°C), est le procédé le plus efficace et le moins cher à mettre en œuvre, mais il ne permet pas la stérilisation de dispositifs thermosensibles de plus en plus présents, notamment dans le domaine médical.

Les procédés de stérilisation par les gaz (oxyde d'éthylène, formaldéhyde, peroxyde d'hydrogène) utilisent le caractère biocide d'un gaz placé dans une enceinte de stérilisation et permettent une stérilisation à basse température des dispositifs thermosensibles. Mais, ils présentent de nombreux inconvénients : la toxicité des gaz considérés qui impose des procédures d'utilisation et de contrôle complexes ; l'obligation, dans certains cas (avec des matériaux plastiques par exemple), de réaliser une phase de désorption du gaz toxique après la phase de stérilisation ; enfin la longueur du traitement qui nécessite souvent plusieurs heures. En outre, il convient de noter l'effet de destruction limité sur certaines spores bactériennes (comme les spores de *Bacillus stearothermophilus*).

Aussi, une amélioration connue de ces procédés de stérilisation par des gaz biocides consiste à effectuer le traitement à basse pression (quelques Torrs), ce qui permet de favoriser la diffusion du gaz ou la vaporisation d'un liquide biocide additionnel dans toute l'enceinte de stérilisation. De même, on peut optimiser ces procédés de stérilisation à basse pression en créant des cycles composés d'alternance entre des phases de diminution ou d'augmentation de la pression et des phases de traitement plasma comme le montre notamment la demande de brevet FR 2 759 590 déposée par la société SA Microondes Energie Systèmes.

On connaît également des procédés de stérilisation par plasma à basse pression qui permettent éventuellement de cumuler les effets stérilisants du gaz biocide à basse pression avec la formation, dans un plasma, à partir d'un mélange gazeux biocide tel que H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ou un mélange gazeux non biocide (en général simplement O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, N<sub>2</sub> ou un gaz rare comme l'Argon) d'espèces réactives (création de radicaux O<sup>•</sup> et OH<sup>•</sup>, d'espèces ionisées et / ou excitées), la basse pression limitant par ailleurs la recombinaison des espèces instables. Les plasmas basse pression regroupent, dans la majorité des cas, des plasmas micro-ondes ou radiofréquences.

La stérilisation par plasma peut être très efficace dans l'espace où est créé le plasma (espace inter-électrodes), mais, outre que la zone de stérilisation est alors très petite (environ quelques cm de hauteur), les caractéristiques du plasma

dépendent très fortement de la constante diélectrique, de la nature et de la taille de l'objet à stériliser. Dans ce cas, le plasma empêche un traitement réellement homogène sur toute la surface et a une action fortement corrosive sur les objets à stériliser.

5

10

15

20

25

30

Pour améliorer un tel procédé, il faut dissocier les zones de production du plasma et de traitement (la stérilisation est alors dite effectuée en post-décharge) afin d'éviter une trop grande interaction entre le plasma et l'objet à stériliser qui, de part sa nature, entraîne une perturbation des lignes de champ et une dégradation de la surface de l'objet lorsqu'il est placé dans l'espace inter-électrodes. Toutefois, on notera que cette séparation de la zone de production du plasma et de la zone de stérilisation est aisée dans un procédé basse pression car les durées de vie des radicaux produits par le plasma à ces pressions (d'environ 1 Torr) sont importantes, ce qui leur permet d'atteindre les objets à stériliser.

Les inconvénients des procédés de stérilisation par plasma à basse pression sont, malgré cela, encore nombreux et en définitive assez proches de ceux existants dans la seule stérilisation par les gaz : le coût élevé du système complet contenant une enceinte résistante au vide et un générateur de plasma ; la complexité des dispositifs mettant en oeuvre ces procédés qui limite les applications possibles : l'augmentation du temps de traitement due aux procédures liées au traitement à basse pression (les temps nécessaires à la mise sous vide de l'enceinte, souvent de grand volume, puis au retour à la pression atmosphérique augmentent le temps de traitement) ; l'impossibilité de stériliser des objets humides ; et l'incompatibilité vis à vis de certains matériaux.

Aussi, un autre procédé connu consiste à effectuer un traitement par ozone à la pression atmosphérique à partir d'un dispositif approprié appelé « ozoneur ». Ce traitement s'apparente à une stérilisation par plasma en post-décharge dont le gaz vecteur, alors de type sec, contiendrait de l'oxygène. Toutefois, l'action biocide de l'ozone, qui est surtout utilisée pour la désinfection d'eau, de déchets, de gaz est assez limitée au niveau de la stérilisation. Pour obtenir de meilleures performances, il faut en général ajouter à l'ozone (O<sub>3</sub>) un autre agent désinfectant (par exemple du ClO<sub>2</sub> afin de former du ClO<sub>3</sub> qui présente une action bactéricide en phase gazeuse). On peut également procéder à une humification du gaz ozoné en sortie de l'ozoneur ou bien simplement mouiller les objets à stériliser pour faciliter l'action biocide de ce gaz ozoné comme l'illustre le

brevet US 5 120 512 (Masuda). De manière générale pour les procédés plasma à partir de gaz simples non biocides, la séparation entre la zone de production plasma et la zone de traitement limite l'efficacité du procédé car seules les espèces à moyenne et longue durée de vie sont encore actives au niveau de l'objet. Or, ces espèces étant moins réactives que celles à faible durée de vie, il est nécessaire d'augmenter leur concentration et le temps de traitement. Par exemple, il est connu que près de 3 heures de traitement sont nécessaires pour obtenir la stérilisation de spores de *Bacillus subtilis* en présence d'humidité pour une concentration en ozone de 1500 ppm. Un tel niveau de production impose l'utilisation de dispositifs complexes alors que la forte concentration en ozone augmente la dégradation irréversible des surfaces et matériaux des objets à stériliser. De plus, la production d'ozone en forte concentration rend nécessaire, du fait de la réglementation, le recours en sortie du système d'un dispositif destructeur d'ozone particulièrement efficace du type de ceux à catalyse ou par voie thermique.

15

20

25

30

10

5

#### Objet et définition de l'invention

L'objet de la présente invention est donc de proposer un dispositif de stérilisation par plasma mettant en oeuvre un procédé fonctionnant à basse température (de préférence à température ambiante), à une pression égale ou sensiblement égale à la pression atmosphérique, et dans un milieu ouvert ou fermé et qui en outre pallie les nombreux inconvénients précités de l'art antérieur.

Selon l'invention, il est proposé un procédé de stérilisation par plasma d'au moins un objet dans lequel :

- a) on place le ou les objets à traiter dans une enceinte de traitement soumise sensiblement à la pression atmosphérique,
- b) on introduit dans cette enceinte de traitement un ou plusieurs mélanges gazeux non-biocides dont l'un au moins contient de l'humidité,
- c) on crée un plasma produisant des espèces chimiques à partir d'un des mélanges gazeux en générant au moyen d'une alimentation haute tension une décharge électrique entre une électrode à haute tension et une électrode de masse, ces deux électrodes étant placées dans cette enceinte de traitement,
- d) on achemine les espèces chimiques du plasma en dehors de la zone inter-électrodes, vers la surface de ou des objets à traiter, et

WO 00/54819 PCT/FR00/00644 5

e) on évacue les résidus gazeux résultant du traitement hors de l'enceinte de traitement.

Ainsi, avec ce fonctionnement à pression atmosphérique, il n'est pas nécessaire de recourir à des dispositifs complexes de fabrication de vide et à des gaz biocides.

5

10

15

20

25

30

Selon le mode de réalisation envisagé, l'humidité est introduite soit directement au niveau du ou des objets à traiter (figures 1b et 1c) soit au niveau de la zone inter-électrodes (figure 1a).

Selon l'invention, le mélange gazeux contient au moins 10% d'oxygène et 10% d'azote. Il peut aussi être avantageusement constitué par de l'air ambiant.

De préférence, le taux d'humidité relative au niveau du ou des objets à traiter est compris entre 50% et 100%, avantageusement supérieur ou égal à 90%.

Selon le mode de réalisation retenu, l'étape b) d'introduction du ou des mélanges gazeux dans l'enceinte de traitement est effectuée de façon continue ou par intermittence et il est réalisé un contrôle du débit du ou des mélanges gazeux entrant dans l'enceinte de traitement. De même, l'étape c) de création du plasma peut être précédée par une étape de circulation forcée du ou des mélanges gazeux dans l'enceinte de traitement.

L'étape d) d'acheminement des espèces chimiques du plasma vers la surface à traiter est obtenue soit par l'utilisation du vent électrique créé par la décharge entre les deux électrodes soit par la création d'un écoulement forcé dans l'enceinte de traitement.

L'invention concerne aussi le dispositif mettant en oeuvre ce procédé, lequel comporte :

- une première source de gaz contenant un mélange gazeux non-biocide,
- au moins une enceinte de traitement soumise à la pression atmosphérique comportant au moins une zone de stérilisation dans laquelle sont placés le ou les objets à traiter, cette enceinte comportant en outre dans au moins une zone de production du plasma distincte de la zone de stérilisation au moins deux électrodes reliées à une alimentation haute tension pour créer un plasma produisant des espèces chimiques en générant une décharge électrique entre ces électrodes à partir du mélange gazeux introduit dans la zone de production du plasma, les espèces chimiques du plasma étant acheminées en dehors de la zone de production du plasma vers la surface de ou des objets à traiter et les résidus

gazeux résultant du traitement étant évacués vers un système de récupération par un orifice de sortie de cette enceinte, et

- une chambre d'humidification reliée en sortie d'une seconde source de gaz pour maintenir un taux d'humidité déterminé au niveau du ou des objets à traiter.

5

10

15

20

25

30

Dans un mode de réalisation préférentiel, les première et seconde sources de gaz forment une source unique de gaz. La zone de production du plasma est alors soit reliée à cette source unique de gaz au travers de la chambre d'humidification soit reliée directement à cette source unique de gaz, la zone de stérilisation étant reliée à cette source unique de gaz au travers de la chambre d'humidification. En alternative, la zone de stérilisation peut aussi être reliée à la seconde source de gaz au travers de la chambre d'humidification, la zone de production du plasma étant alors reliée directement à la première source de gaz.

Le dispositif peut comporter des premier et second capteurs d'humidité relative placés respectivement en entrée de la zone de production du plasma et de la zone de stérilisation. Le second capteur d'humidité s'avère particulièrement utile lorsque la première source de gaz alimente directement l'enceinte de traitement (donc sans passer au travers de la chambre d'humidification) et ne fournit pas un gaz à humidité constante.

Les électrodes sont constituées par au moins une électrode à fort rayon de courbure et une électrode à faible rayon de courbure, l'une étant une électrode à haute tension et l'autre étant une électrode de masse. De préférence, l'une ou l'autre des deux électrodes, ou les deux, sont recouvertes d'un revêtement diélectrique.

Selon l'application envisagée, l'électrode à faible rayon de courbure est une électrode métallique pouvant présenter l'une des formes suivantes : fil, pointes ou fil comportant des pointes et l'électrode à fort rayon de courbure est une électrode métallique pouvant présenter l'une des formes suivantes : fil, plan, cylindre plein ou grille. Dans un exemple de réalisation particulièrement adaptée à la stérilisation de fins canaux, l'électrode à haute tension est constituée par un fil et l'électrode de masse est constituée par un cylindre grillagé entourant ce fil.

De même, les électrodes peuvent être montées en un réseau d'électrodes parallèles, l'alimentation des électrodes à haute tension étant effectuée successivement ou de façon simultanée.

WO 00/54819 PCT/FR00/00644

Avantageusement, les électrodes peuvent être à usage limité.

5

10

15

20

25

30

L'alimentation haute tension est assurée par un générateur basse fréquence délivrant une tension continue, en créneaux, alternative ou pulsée en temps.

Dans une configuration préférentielle envisagée pour le dispositif, celui-ci comporte plusieurs enceintes de traitement, chaque enceinte de traitement comportant au moins une zone de production de plasma reliée de façon fixe on non à au moins une zone de stérilisation, les zones de production de plasma étant reliées à une unité centrale commune contenant au moins la première source de gaz non-biocide, la chambre d'humidification, le système de récupération de résidus gazeux et l'alimentation haute tension.

Avantageusement, la zone de stérilisation présente une forme spécialement adaptée à ou aux objets à stériliser afin de limiter la production d'espèces chimiques nécessaires à la stérilisation et d'optimiser la vitesse d'écoulement et la concentration de ces espèces stérilisantes autour de l'objet. En outre, la zone de production du plasma peut être intégrée à l'objet à traiter dont elle en forme une partie.

Dans un mode de réalisation préférentiel, l'enceinte de traitement comporte un boîtier de forme standard et contenant la zone de production du plasma, la zone de stérilisation étant formée par un support amovible spécialement adapté à ou aux objets à traiter et logé dans ce boîtier.

Pour permettre un traitement homogène de toutes les parties d'un objet en diminuant le temps de propagation de la zone de production du plasma aux surfaces à stériliser, la zone de stérilisation peut comprendre des zones de propagation de faible section permettant d'accélérer les espèces chimiques provenant de la zone de production du plasma vers différentes parties du ou des objets à traiter.

Dans un mode de réalisation particulier, la zone de stérilisation est séparée de la zone de production du plasma et forme une enceinte indépendante.

Une ou plusieurs des enceintes de traitement ou de stérilisation peuvent constituer un emballage autonome réutilisable, en forme de mallette de transport, permettant de conserver l'état stérile après traitement ou un emballage perdu, en forme de sac souple, la zone de stérilisation pouvant être séparées en plusieurs zones individualisées après le traitement, par découpe et scellement concomitant

de parties déterminées de ce sac. De préférence, tout ou partie du dispositif est placé dans une cage de Faraday.

Avantageusement, l'unité centrale commune comporte des moyens d'indication et de commande associés à chaque enceinte de stérilisation pour assurer un contrôle individuel de la stérilisation des objets qu'elle contient. Elle comporte également des moyens d'impression pour imprimer une étiquette sur laquelle seront imprimés, pour chaque enceinte de stérilisation reliée à cette unité centrale, un numéro d'identification spécifique à chaque enceinte ainsi que la date du traitement et les paramètres du cycle de stérilisation effectué. De même, l'enceinte de traitement ou de stérilisation est munie de préférence d'une étiquette électronique qui permet par l'intermédiaire d'un lecteur correspondant de l'unité centrale de déterminer automatiquement les valeurs de débit de consigne et le courant de régulation adaptés à ou aux objets à traiter et de calculer le temps nécessaire à la stérilisation de ces objets. Cette étiquette électronique peut comporter un capteur de vitesse pour mesurer la vitesse d'écoulement des espèces chimiques du plasma dans l'enceinte ainsi qu'un capteur de mesure chimique.

La grande souplesse du dispositif, reposant en partie sur la possibilité de choisir le nombre, la taille et la position des zones de production du plasma en fonction du volume et de la configuration des objets à traiter, permet son application à la stérilisation d'objets divers de toute forme et de toute nature, notamment métallique, composite ou thermosensible comme à la stérilisation des surfaces des emballages, des produits ou des matériels de production, à la décontamination des surfaces internes des systèmes d'air conditionné ou encore à la désinfection des zones de confinement ou de transfert. Son application est particulièrement intéressante dans les domaines médical, dentaire, agroalimentaire ou pharmaceutique.

#### Brève description des dessins

5

10

15

20

25

30

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention ressortiront mieux de la description suivante effectuée à titre indicatif et non limitatif en regard des dessins annexés sur lesquels :

- la figure la est un schéma de principe d'un dispositif de stérilisation par plasma selon l'invention,

- les figures 1b et 1c sont des schémas de principe illustrant deux variantes de réalisation du dispositif de stérilisation par plasma selon l'invention,
- la figure 2 est un schéma de principe d'une enceinte de traitement mise en œuvre dans le dispositif de la figure 1,
- la figure 3 illustre un premier exemple de réalisation du dispositif de stérilisation par plasma de la figure 1,
  - la figure 4 montre un premier exemple de réalisation d'une enceinte de traitement conforme à la figure 2,
- la figure 5 montre un second exemple de réalisation d'une enceinte de traitement conforme à la figure 2,
  - la figure 6 montre un troisième exemple de réalisation d'une enceinte de traitement conforme à la figure 2,
  - la figure 6a est une vue éclatée de la figure 6 illustrant une configuration particulière d'électrodes,
- les figures 7a et 7b illustrent un quatrième exemple de réalisation d'une enceinte de traitement conforme à la figure 2, et
  - la figure 8 illustre un second exemple de réalisation du dispositif de stérilisation par plasma de la figure 1.

## 20 Description d'un mode préférentiel de réalisation

5

25

30

L'invention concerne un procédé de stérilisation ayant une efficacité sporicide sur des spores bactériennes considérées par la Pharmacopée Européenne comme les plus résistantes : *Bacillus subtilis* et *Bacillus stearothermophilus*. Ce procédé met en oeuvre un mélange gazeux contenant de l'oxygène et de l'azote à partir duquel est créé un plasma basse température dont les espèces chimiques ont une action stérilisante sur l'objet à traiter en présence d'humidité. L'objet à traiter est placé en dehors de l'espace où a lieu la décharge et le traitement se fait à la pression atmosphérique.

Le plasma est un gaz partiellement activé par une source électromagnétique d'énergie suffisante. Les espèces créées dans le plasma sont des espèces ionisées (molécules ou atomes), neutres (tels que les radicaux) ou excitées. Ces espèces gazeuses ont une réactivité accrue qui leur permet d'interagir avec les surfaces du ou des objets à stériliser et ainsi de détruire les micro-organismes présents sur ces surfaces. A pression atmosphérique pour un

plasma crée à partir d'un gaz simple non-biocide, les espèces les plus réactives sont celles ayant la plus faible durée de vie, cette efficacité dépendant fortement de la distance entre la zone de création du plasma et l'objet.

5

10

15

20

25

30

Un premier schéma de principe d'un dispositif de stérilisation par plasma mettant en oeuvre le procédé selon l'invention est illustré à la figure la. Ce dispositif est organisé autour d'une enceinte de traitement 10 séparée en deux zones : une zone de production du plasma 10a à l'intérieur de laquelle, par une décharge entre deux électrodes, est créé un plasma et une zone de stérilisation 10b où est placé l'objet à traiter. La décharge est produite à partir d'un mélange gazeux non-biocide fourni par une source de gaz 12 et humidifié par passage au travers d'une chambre d'humidification 14. Cette enceinte de traitement peut être entièrement fermée (et alors étanche) ou seulement partiellement ouverte selon l'application envisagée.

Le mélange gazeux contient de l'oxygène et de l'azote et sa composition peut varier en fonction de la nature de l'objet à stériliser. Du taux d'oxygène contenu dans le mélange dépend l'agressivité du mélange vis à vis des matériaux constitutifs des objets à stériliser. Le mélange gazeux doit contenir au minimum 10% d'oxygène et 10% d'azote pour assurer un effet sporicide acceptable. Avantageusement, ce mélange peut être de l'air ambiant obtenu à partir d'un compresseur. Le taux d'humidité relative dans la zone de stérilisation, donc au niveau des objets à traiter, est compris entre 50% et 100%, avantageusement supérieur ou égal à 90%. Pour améliorer les temps de traitement, le dispositif de stérilisation peut être avantageusement contrôlé en température avec une température maximale n'excédant pas 80°C pour ne pas endommager certains types d'objets, comme les objets sensibles à la chaleur.

Le débit d'entrée du mélange gazeux dans l'enceinte de traitement 10 est ajusté en fonction de la taille et de la quantité des objets à stériliser, par un dispositif de contrôle 16 disposé en sortie de la source de gaz 12 et permettant un contrôle de sa vitesse d'écoulement et de sa concentration.

La décharge électrique crée en effet un plasma qui produit des espèces à durée de vie variable. Pour pouvoir bénéficier des espèces les plus actives (celles à faible durée de vie) tout en se plaçant en dehors de la décharge, il est nécessaire de s'assurer que le temps de propagation entre la zone de création du plasma et l'objet est minimum, donc que la vitesse de propagation entre ces deux éléments est

maximum. Des expériences effectuées par les inventeurs ont cependant montré que, toute autre chose égales par ailleurs, l'efficacité du procédé proposé diminuait quand la vitesse locale du gaz au niveau de l'objet à stériliser augmentait. Il est donc aussi nécessaire de choisir un écoulement entre la zone de production du plasma et la zone de stérilisation qui assure un compromis entre une vitesse de propagation la plus élevée possible et une vitesse locale la plus faible possible.

5

10

15

20

25

30

La chambre d'humidification 14 permet d'humidifier jusqu'à saturer le mélange gazeux en humidité aux conditions normales de température et de pression. L'humidification directe de ce mélange permet de simplifier le procédé en limitant les alimentations en gaz et en simplifiant les écoulements. L'humidité relative du mélange gazeux humidifié (le gaz vecteur) est contrôlée avant son entrée dans l'enceinte de traitement 10 par un capteur approprié 18a placé en entrée de la zone de production du plasma 10a, la valeur de cette humidité relative conditionnant le temps de traitement nécessaire à la stérilisation. En effet, des essais effectués par les inventeurs ont pu montrer que plus l'humidité relative au niveau de l'objet est importante plus court est le temps de stérilisation (voir notamment l'exemple plus avant).

Le cycle de la stérilisation peut avoir lieu avec une circulation extérieure continue ou intermittente de gaz ou sans circulation extérieure de gaz. Il est cependant nécessaire qu'il existe une circulation de gaz (naturelle ou forcée) à l'intérieur de l'enceinte pour amener les espèces de la zone de production du plasma à la zone de stérilisation. Dans le premier cas, le débit du mélange gazeux est maintenu constant par le dispositif de contrôle 16 pendant tout le cycle de la stérilisation et les résidus (effluents) gazeux résultant de la décharge sont mesurés en sortie de l'enceinte de traitement 10 par un capteur de gaz 20 pour ne pas dépasser les concentrations limites fixées par la réglementation (ainsi dans le cas de l'ozone par exemple la valeur moyenne d'exposition admise sur un lieu de travail sur 8 heures est de 0,1 ppm selon la norme de l'Occupational Safety Health Administration), avant d'être si nécessaire évacués vers un système de récupération 22. Dans le deuxième cas, l'enceinte de traitement est remplie par le mélange gazeux à la pression atmosphérique puis isolée avant le cycle de stérilisation (le dispositif de contrôle 16 comportant à cet effet notamment une vanne d'isolation), le traitement ayant lieu dans un gaz non renouvelé. A la fin du cycle de stérilisation, l'atmosphère de l'enceinte de traitement 10 est renouvelée

par passage du mélange gazeux avant d'être ouverte. Dans le troisième cas, le cycle de stérilisation peut éventuellement comporter une succession de phases intermittentes de circulation du mélange gazeux et de création du plasma.

Le capteur de gaz 20 placé en sortie de l'enceinte de traitement permet par l'intermédiaire de moyens de commande 24 disposés par exemple au niveau de cette enceinte de valider en temps réel le cycle de stérilisation et d'ajuster le temps de traitement en fonction du niveau de gaz dans l'enceinte et des conditions d'écoulement. Ces moyens de commande sont aussi avantageusement reliés au dispositif de contrôle 16 et au capteur d'humidité relative 18a pour assurer un contrôle entièrement automatique du cycle de stérilisation.

5

10

15

20

25

30

On notera que l'humidification du gaz servant essentiellement à assurer une humidité suffisante au niveau de l'objet à stériliser, il est également possible, comme l'illustrent les figures 1b et 1c, d'alimenter la zone de production du plasma avec un premier gaz non biocide 12 (contenant au moins 10% d'oxygène et 10% d'azote, avantageusement l'air ambiant) et la zone de stérilisation avec un second gaz non biocide 26 (avantageusement l'air ambiant) mais ensuite humidifié (au travers de l'humidificateur 14), de manière à maintenir l'humidité au niveau requis (mesurée alors en entrée de la zone de stérilisation 10b par un second capteur d'humidité 18b placé en sortie de cet humidificateur). On notera, que le premier capteur 18a peut être maintenu en entrée de la zone de production du plasma 10a, notamment lorsque le premier gaz n'est pas délivré à humidité constante (par exemple s'il s'agit de l'air ambiant). Les premier et second gaz non biocides peuvent être de même nature (figure 1b) ou de nature différente (figure 1c). Bien entendu, un dispositif de contrôle de débit 28 peut aussi être placé en sortie de la seconde source de gaz 26.

La figure 2 est un schéma de principe plus détaillé de l'enceinte de traitement 10 qui est formée d'une zone de production du plasma 30 et d'une zone de stérilisation 32. Les deux zones sont éventuellement séparées par une grille métallique 34, la zone de stérilisation pouvant présenter une configuration fermée ou bien ouverte dans le cas de traitement de surfaces. L'objet à stériliser 50 est placé sur un support, qui doit permettre la circulation de l'agent stérilisant sur toute sa surface, dans la zone de stérilisation 32, c'est à dire en dehors de la zone de production du plasma (zone inter-électrodes 30 de création de la décharge).

Dans l'exemple illustré, l'alimentation se fait par un mélange gazeux humide et la zone de production du plasma comprend d'une part un orifice d'entrée pour l'arrivé du gaz vecteur et d'autre part deux électrodes, une électrode haute tension 36 alimentée par un générateur haute tension basse fréquence 38 et une électrode de masse 40, destinées à produire entre elles une décharge électrique dite décharge « couronne ». La décharge couronne est caractérisée par l'utilisation de deux électrodes ayant un rayon de courbure très différent. L'augmentation du champ électrique près de l'électrode à faible rayon de courbure permet de diminuer la tension nécessaire à l'apparition de la décharge tout en utilisant une alimentation en tension qui peut être basse fréquence. L'une ou l'autre des électrodes - à faible et fort rayon de courbure - peuvent être connectées à la haute tension, l'autre se trouvant connectée à la masse. Bien entendu, cette configuration d'électrodes n'est en aucune façon limitative et ces électrodes peuvent également se présenter sous la forme d'un réseau d'électrodes parallèles dont le nombre et la disposition dépend de la taille et de la nature de l'objet à stériliser.

5

10

15

20

25

30

L'électrode à faible rayon de courbure 36 (reliée à la haute tension sur le schéma) est métallique, éventuellement recouverte d'un diélectrique, et peut se présenter sous la forme de pointes, d'un fil ou d'un fil comportant des pointes. Lorsque le volume de la zone de stérilisation est important (ce qui est fonction de la taille et du nombre d'objets à stériliser), les électrodes sont avantageusement montées en un réseau d'électrodes parallèles, l'alimentation des électrodes haute tension pouvant alors avoir lieu de façon simultanée ou successive pendant le temps de stérilisation. Le nombre d'électrodes et leur longueur sont déterminés de telle sorte que la production d'espèces chimiques stérilisantes soit suffisante pour obtenir la concentration nécessaire à la stérilisation.

Ces espèces chimiques stérilisantes produites par la décharge couronne dans l'espace inter-électrodes peuvent être amenées dans la zone de stérilisation soit naturellement par le vent électrique créé par la décharge entre les deux électrodes (et qui est orienté de l'électrode à faible rayon de courbure vers l'électrode à fort rayon de courbure), soit par la création d'un écoulement forcé dans l'enceinte de traitement.

L'efficacité sporicide, donc le temps de stérilisation en un endroit donné de l'enceinte de traitement (appelée aussi réacteur) dépend de la vitesse de propagation et de la vitesse locale. Pour un écoulement simple à vitesse constante,

les deux valeurs sont égales : il existe donc un optimum en vitesse (et en débit) assurant un temps de stérilisation minimum.

Pour stériliser dans des temps raisonnables des enceintes de grande dimension, il est intéressant de prévoir l'écoulement à l'intérieur de l'enceinte de manière à accélérer le gaz durant sa phase de propagation et de le ralentir localement au niveau de la surface à traiter. De cette manière, vitesse de propagation et vitesse locale peuvent être indépendamment optimisées pour diminuer le temps de stérilisation.

5

10

15

20

25

30

L'électrode à fort rayon de courbure 40 (reliée à la masse sur le schéma) est aussi métallique, éventuellement recouverte d'un revêtement diélectrique, ce qui permet d'éviter le passage à l'arc électrique pendant le cycle de stérilisation. Selon les applications, elle peut se présenter, sous la forme d'un plan, sous la forme d'un fil ou sous la forme d'un cylindre plein ou encore sous une forme grillagée pour faciliter l'écoulement des espèces chimiques produites par la décharge. Cette géométrie variable des électrodes permet ainsi différentes applications au procédé : emballage stérilisant, stérilisation de cavités, désinfection des surfaces par exemple. Il convient de noter que les électrodes s'oxydant au cours du temps du fait de la décharge, la zone de production du plasma et/ou les électrodes peuvent être remplacées après un (cas d'un usage unique) ou plusieurs cycles de traitement.

L'orifice d'arrivée du gaz vecteur 42 est situé de préférence près des électrodes 36 et 40 pour optimiser son passage dans l'espace inter-électrodes, la production du plasma étant localisée dans cet espace inter-électrodes. Un orifice de sortie du gaz 44 est situé quant à lui dans la zone de stérilisation 32 en aval de l'objet à traiter par rapport au sens d'écoulement naturel du gaz.

De plus, pour que le système soit compatible avec les normes de compatibilité électromagnétique, la zone de production du plasma à l'intérieur de laquelle se produit la décharge est avantageusement formée par une cage de Faraday 46 pour limiter les interférences créées par cette décharge.

En série avec l'électrode de masse ou avec l'électrode haute tension est monté un dispositif de mesure de courant 48 au niveau duquel il est possible de mesurer un courant de décharge. La mesure de ce courant permet d'ajuster et de contrôler le niveau de tension nécessaire à l'établissement de la décharge dans l'espace inter-électrodes. En mesurant le courant en amont et en aval de la

décharge, il est possible de vérifier que le courant injecté par la source est bien celui repartant vers l'électrode de masse (protection différentielle).

Le générateur haute tension 38 est un générateur basse fréquence. Le signal de tension appliqué sur l'électrode 36 peut être continu ou en créneaux, de signe positif ou négatif, alternatif ou même pulsé en temps.

5

10

15

20

25

30

La production de différentes espèces gazeuses chimiques dépend du régime de décharge. Pour obtenir un régime de décharge couronne efficace du point de vue de la stérilisation, le signal de tension doit être d'un signe approprié à la géométrie des électrodes. Le signal de tension est de préférence continu positif avec une électrode haute tension comprenant une ou plusieurs pointes. Il est de préférence continu négatif avec une électrode haute tension de type filaire. Avec des électrodes recouvertes d'un diélectrique, il est choisi de préférence alternatif.

Le niveau de tension nécessaire à l'établissement d'une décharge électrique dans l'espace inter-électrodes dépend du diamètre de l'électrode haute tension et de la distance inter-électrodes. Par exemple, il a été mesuré que si on applique une tension continue positive de 12 kV sur un fil de diamètre 0,125 mm, avec une distance inter-électrodes de 10 mm, on obtient une décharge couronne délivrant un courant de décharge de 50 µA/cm. On notera que cette décharge électrique peut être maintenue pendant une fraction seulement du cycle de stérilisation.

Pour un type de signal haute tension donné défini par sa polarité, sa forme et sa fréquence, le régime de décharge et la production d'espèces chimiques dépendent également de l'intensité du courant.

L'impédance effective de la décharge donnant la relation entre courant et tension peut évoluer au cours du temps. La régulation se fait de préférence à courant constant pour maintenir le même régime de décharge et la même production d'espèces chimiques afin d'assurer un effet stérilisant constant. Pour des électrodes linéaires, le régime de décharge et la production d'espèces chimiques sont une fonction du courant par unité de longueur.

Un premier exemple de réalisation d'un dispositif de stérilisation selon l'invention est illustré à la figure 3 qui montre un ensemble modulaire avec une unité centrale à laquelle sont reliés différents types d'enceintes de traitement. Cet ensemble modulaire permet de proposer un grand nombre de configurations qui se différencient par le type d'enceinte utilisé et la manière dont cette enceinte est

reliée à l'unité centrale. Il est ainsi possible de proposer une gamme d'enceintes adaptées aux besoins de chaque utilisateur en fonction du type d'objets à stériliser.

Selon l'invention, cet ensemble modulaire comporte une unité centrale commune contenant la source de mélange gazeux, la chambre d'humidification et 5 l'alimentation haute tension. L'unité centrale 60 comporte une ou plusieurs sorties de gaz (par exemple 62) et un nombre correspondant de sorties haute tension (par exemple 64) alimentant une ou plusieurs enceintes de traitement comportant chacune une zone de production du plasma 68, 70, 72 correspondant à la zone de production du plasma 30 et fournissant du gaz stérilisant à une zone de stérilisation 76, 78, 80 correspondant à la zone de stérilisation 32 contenant les objets devant être traités. Les zones de production du plasma et de stérilisation peuvent former deux zones distinctes d'une même enceinte (par exemple les enceintes 74 et 130), ou elles peuvent intégrer chacune une enceinte séparée appelée alors enceinte de production du plasma (dans le cas des enceintes 68, 70, 72) ou enceinte de stérilisation (pour les enceintes 76, 78, 80). Avantageusement, tout ou partie de l'ensemble du dispositif est placé dans une cage de Faraday pour limiter les interférences créées par la décharge.

10

15

20

25

30

Cette configuration modulaire permet de traiter, simultanément ou non, un ensemble d'enceintes adaptées en nombre, forme et volume à ces objets à partir d'une seule unité centrale comportant une ou plusieurs alimentations haute tension et d'un seul système de gestion du gaz (assurant l'alimentation et la récupération) contenu dans l'unité centrale 60. Le gaz après traitement est ensuite retourné à cette unité centrale par une ou plusieurs entrées d'évacuation du gaz (par exemple 82).

Des moyens d'indication et de commande 84, 86, 88, 90 disposés sur l'unité centrale 60 en regard des enceintes correspondantes auxquelles ils sont associés permettent d'assurer un contrôle individuel de chaque enceinte en assurant le démarrage du cycle de stérilisation et le réglage du temps de traitement, en réglant le débit de consigne et le courant de régulation appropriés, et éventuellement en définissant la composition du mélange gazeux à mettre en oeuvre. Le suivi des différentes commandes est assuré par la sortie d'une étiquette imprimée 94 sur une imprimante 96 intégrée à l'unité centrale 60. Pour chaque enceinte, qui porte un numéro d'identification spécifique, il est ainsi possible de mentionner sur cette étiquette la date du traitement et les paramètres du cycle de stérilisation, notamment sa durée. Les enceintes peuvent être munies d'un système d'identification automatique, par exemple à base de codes barres ou d'étiquettes électroniques 98a de type RFID (RadioFrequency IDdentification) ou de type IRC (InfraRed Communication), qui permet par l'intermédiaire d'un lecteur correspondant 98b de l'unité centrale de déterminer automatiquement les valeurs de débit de consigne et le courant de régulation appropriés et de calculer le temps de stérilisation. Ces étiquettes électroniques peuvent être placées à l'intérieur de l'enceinte et être avantageusement munies de capteurs permettant de contrôler le cycle de stérilisation, notamment des capteurs de mesure chimiques pour par exemple la mesure de l'humidité, de l'ozone, du PH, ou du taux en dioxyde d'azote.

5

10

15

20

25

30

La zone de stérilisation peut être de taille variable ou standardisée selon les besoins de l'utilisateur. En adaptant la forme et le volume de la zone aux objets à stériliser, il est possible d'optimiser la circulation de l'agent stérilisant (sa vitesse d'écoulement et sa concentration) autour des objets et ainsi d'assurer un traitement homogène.

Les figures 4 à 7 illustrent différents exemples de configuration d'enceintes.

Sur la figure 4, l'enceinte de stérilisation 76, 78 est réalisée indépendamment de l'enceinte de production du plasma 68, 70. Elle comporte, dans un boîtier 100 dont une fermeture hermétique peut être assurée par exemple par des clips de sécurité 102 venant en prise sur un couvercle 104 de ce boîtier, une plaque support 106 pour les objets à stériliser, par exemple une paire de ciseaux 108, un scalpel 110 et un couteau 112. Cette plaque support, qui pourra être réalisée dans un matériau poreux pour faciliter la circulation des espèces chimiques stérilisantes, sépare le boîtier en deux espaces superposés, un espace supérieur 114 et un espace inférieur 116, dans lesquels circulera successivement ces espèces stérilisantes. Cette circulation est rendue possible du fait d'orifices présents sur cette plaque ou sur le boîtier et dont la configuration est déterminée pour assurer un écoulement laminaire dans la zone de stérilisation. Par exemple, des orifices 118 de passage des espèces chimiques peuvent être prévus au niveau de cette plaque support ainsi que des orifices d'entrée 120 et de sortie 122 des espèces chimiques stérilisantes au niveau du boîtier, respectivement dans l'espace supérieur 114 et l'espace inférieur 116. Ces orifices d'entrée et de sortie seront munis de clapets anti-retour et/ou pourvus avantageusement de filtres antibactériens pour assurer l'étanchéité de l'espace intérieur du boîtier après traitement. L'étanchéité peut également être assurée par un simple système de fermeture manuel utilisant par exemple le clampage d'un tuyau. La relation entre débit et vitesse étant une fonction du taux de remplissage de l'enceinte, il est possible de mesurer la vitesse d'écoulement dans l'enceinte après remplissage à l'aide d'un capteur de vitesse placé dans l'enceinte afin d'ajuster le débit à la valeur permettant d'obtenir la vitesse d'écoulement souhaitée. Ce capteur peut avantageusement constituer un des éléments de l'étiquette électronique 98a.

5

10

15

20

25

30

Pour conserver le caractère stérile à un objet jusqu'à son utilisation, on notera qu'il est en principe nécessaire d'emballer l'objet avant le traitement. Les espèces chimiques doivent alors diffuser à l'intérieur de l'emballage et ne pas interagir avec celui-ci. Dans le cas de la stérilisation par la chaleur, la vapeur d'eau diffuse à travers l'emballage sans interagir avec celui-ci mais, dans le cas de stérilisation par les gaz, il faut en principe développer un emballage de composition spécifique qui n'interagit pas avec les espèces chimiques du plasma.

La simplicité de l'ensemble modulaire décrit précédemment permet d'éviter ce problème car le boîtier forme naturellement un emballage stérilisant, de plus facilement transportable et réutilisable. Bien entendu, il doit être maintenu fermé après le cycle de stérilisation pour cette fonction de protection bactériologique (emballage). Mais, s'il doit être ouvert pour utiliser tout ou une partie des objets qu'il renferme, il est alors nécessaire d'engager un nouveau cycle de stérilisation en replaçant le boîtier dans l'unité centrale. On notera en outre que ce boîtier assure aussi une fonction de protection mécanique (mallette de transport ou de stockage).

Revenons à la figure 3 qui montre également deux autres configurations possibles de l'enceinte de traitement pour effectuer la stérilisation d'objets. Dans chacune de ces configurations, la zone de production du plasma (génération de la décharge) et la zone de stérilisation sont placées dans une même enceinte 74, 130 alimentée directement en gaz vecteur et en haute tension à partir de l'unité centrale 60. Bien entendu, ces enceintes peuvent contenir une ou plusieurs zones de production du plasma.

La figure 5 illustre un premier exemple de réalisation d'une telle enceinte pouvant être utilisée pour un usage général. L'enceinte 74 qui forme emballage

WO 00/54819 PCT/FR00/00644

après traitement comporte un boîtier 186 de forme standardisée, existant éventuellement en différentes tailles. Elle comprend une ou plusieurs zones de production du plasma 188 intégrées directement dans ce boîtier, des connecteurs pour les alimentations en gaz 190, 192 et en tension 194, ainsi qu'une étiquette électronique 98a. L'étanchéité des connexions gaz avec l'extérieur peut être assurée comme dans le mode de réalisation précédent, mais un simple filtre bactériologique laissant passer l'air et l'humidité peut être suffisant. Ce filtre n'a pas besoin d'être compatible avec les espèces chimiques stérilisantes puisque la décharge est intégrée à l'emballage.

5

10

15

20

25

30

A l'intérieur du boîtier 186 est logé un plateau support 196 choisi par l'opérateur en fonction du ou des d'objets à stériliser. Ce support permet de transformer une enceinte de forme standard en une enceinte adaptée spécifiquement à un ou des objets particuliers. En effet, les connecteurs et le système d'étanchéité étant entièrement contenus dans le boîtier, le support interne 196 peut être de réalisation très simple, directement adapté au volume et à la forme de l'objet à traiter, avec une géométrie définie de manière à optimiser l'écoulement en assurant une vitesse de propagation maximum pour une vitesse locale minimum près des objets à stériliser. Il comprend une grille 198 sur laquelle sont posés le ou les objets et des zones de propagation de faible section 200 situées dans une double paroi 202 de ce plateau support permettant d'accélérer le gaz jusqu'à des alimentations locales en gaz 204 débouchant dans la zone de stérilisation 206 au niveau de différentes parties du ou des objets à traiter de façon à assurer une stérilisation sur toutes ses faces. Les effluents sont récupérés en bout d'enceinte par un passage 208 et renvoyées via des zones de retour 210 contenues dans la double paroi et via l'orifice de récupération 192 vers la zone d'alimentation principale de l'enceinte. La propagation des espèces chimiques vers les alimentations locales peut également être assurée par de simples tubes de diamètre adapté. L'enceinte est bien entendu recouverte par un couvercle 212 maintenu hermétiquement fermé par des clips 214.

Il est à noter que ce plateau support 196 peut également être utilisé dans l'enceinte 100 et qu'inversement la plaque support 106 de cette dernière enceinte peut être utilisée dans l'enceinte 74.

Les figures 6 et 6a illustrent un second exemple de réalisation d'une enceinte de traitement plus spécialement adaptée à la stérilisation d'un endoscope et munie de trois zones indépendantes de production de plasma.

5

10

15

20

25

30

Cette enceinte de traitement 130 se caractérise par une géométrie particulière des électrodes constituant la zone de production du plasma qui permet également la production in-situ des espèces chimiques stérilisantes. En effet, avec les techniques de stérilisation conventionnelles, les zones internes des objets peuvent poser des difficultés de stérilisation si les principes actifs ont du mal à les atteindre. Le problème est particulièrement vrai pour les cavités ou l'intérieur des tubes, comme par exemple dans le cas des canaux des endoscopes. Or, le procédé de stérilisation de l'invention qui peut parfaitement être appliqué à la stérilisation de ces cavités permet également de résoudre simplement ce problème d'accès à ces zones internes.

L'enceinte 130 se présente sous la forme d'un boîtier pouvant être hermétiquement fermé et dont l'espace intérieur (la zone de stérilisation proprement dite) est arrangé en fonction de la forme de l'objet à traiter. Ainsi, dans l'exemple illustré, l'endoscope étant replié à plat dans l'enceinte, il est défini trois zones distinctes de production du plasma, l'une 132 au niveau de sa tête 134 et deux autres 136, 138 réparties régulièrement le long de la surface externe de son canal 140. Le gaz vecteur est amené au boîtier de l'unité centrale 60 par au moins une liaison externe 142 et est redistribué aux zones de production du plasma respectivement par des canalisations internes 144, 146, 148. Les électrodes de ces zones de production du plasma sont reliées notamment par des liaisons 150, 152 à un premier connecteur haute tension externe 154 en liaison avec un premier connecteur compatible correspondant 158a de l'unité centrale commune 60. Une liaison 160 permet l'évacuation vers cette unité centrale 60 du gaz après traitement. Pour la stérilisation de la surface interne du canal de l'endoscope, il est en outre prévu un système d'électrodes filaires spécifiques (voir la figure 6a). L'électrode haute tension 162, alimentée à partir d'un second connecteur 156 relié également à un connecteur 158b de l'unité centrale, peut se présenter sous la forme d'un fil comportant éventuellement des pointes et disposé le long de l'axe longitudinal de ce canal et l'électrode de masse 164 est avantageusement constituée par un cylindre grillagé placé autour de cette électrode haute tension. Une configuration avec deux électrodes filaires organisées en faisceau est aussi WO 00/54819 PCT/FR00/00644

envisageable. Dans tous les cas, pour des raisons de stabilité de la décharge, ces électrodes filaires doivent être revêtues d'un isolant, comme c'est le cas pour un fil émaillé, par exemple. Ce système d'électrodes est placé dans le canal de l'endoscope avant le début du cycle de stérilisation. Toutefois, dans certains cas, il peut être préférable d'intégrer les électrodes de décharge (qui seront éventuellement remplaçable) directement à l'objet à traiter. En effet, il est tout à fait envisageable que la zone de production du plasma soit intégrée à l'objet à traiter dès sa conception et dont elle forme alors une partie. L'évacuation des effluents gazeux de la zone de stérilisation 166 peut être effectuée depuis le connecteur 159 également au travers de la liaison 160. Comme dans l'exemple précédent, des clapets anti-retour et/ou des filtres anti-bactériens sont prévus aux interfaces du boîtier 130 pour assurer son étanchéité après sa déconnexion de l'unité centrale commune 60. Un contrôle individuel de ce boîtier est assuré par un moyen d'indication et de commande 92 placé sur l'unité centrale.

5

10

15

20

25

30

Les modes de réalisation de l'enceinte proposée précédemment utilisent l'enceinte de stérilisation comme emballage du ou des objets à traiter. L'utilisation d'un objet imposant l'ouverture complète de l'enceinte, tous les objets présents même ceux non utilisés devront être de nouveau stérilisés avant une prochaine utilisation.

Les figures 7a et 7b proposent encore une autre configuration de l'enceinte de traitement répondant au problème posé par les objets devant être stérilisés simultanément mais utilisés séparément. Dans ce troisième exemple de réalisation, tout ou partie de l'enceinte de traitement est réalisée dans un matériau souple permettant un scellement individuel après le traitement. Ce scellement permet de séparer les objets contenus dans l'enceinte après stérilisation sans risque de contamination et d'utiliser de fait séparément les différents objets.

Dans un mode de réalisation préférentiel, l'enceinte est un sac 220 comportant au moins une face transparente et comportant une ouverture pour pouvoir introduire les différents objets. Le matériau du sac est choisi de manière à permettre des opérations de découpe et de scellement concomitant, par exemple par thermosoudage ou tout autre procédé équivalent. La taille et la forme du sac sont déterminées par l'opérateur en fonction de ses besoins. Ce sac contient une source plasma 222 à une extrémité et un embout d'évacuation 224 à l'autre. La source plasma et l'embout d'évacuation peuvent être scellés sur le sac par

l'opérateur ou être intégrés directement au sac lors de sa conception. Après dépôt des objets 226, 228, 230 à traiter, le sac est scellé à ses extrémités de manière à assurer l'étanchéité vers l'extérieur tout en permettant la circulation du gaz d'un bout à l'autre de l'enceinte. Cette circulation peut être facilitée soit en mettant le sac en légère suppression afin de le gonfler soit en utilisant la forme de la source plasma et de l'embout de connexion pour l'écarter. La source plasma et l'embout d'évacuation sont reliés à l'unité centrale 60 respectivement par les liaisons 142, 160. Une liaison électrique 158 assure l'alimentation en haute tension de la source plasma.

5

10

15

20

25

30

Après le cycle de stérilisation, une machine de scellement 232 permet d'isoler les objets les uns des autres dans des sachets stériles individuels 234, 236, 238 et de la source et de l'embout d'évacuation (voir la figure 7b). Cette opération se fait sans risque de contamination de l'extérieur. L'isolation obtenue entre les objets permet une utilisation séparée de ces différents objets. La source plasma et l'embout peuvent être jetés ou recyclés après le traitement. Ce principe peut également être utilisé pour les enceintes rigides en plaçant à l'intérieur d'un sac différentes enceintes, le sac faisant office de couvercle en fin de stérilisation.

Notons enfin, que dans une configuration de base non représentée, tous les éléments nécessaires à la stérilisation (source de gaz vecteur, humidificateur, électrodes, alimentation haute tension) ainsi que l'enceinte de traitement, qui peut contenir un ou plusieurs objets à traiter simultanément, peuvent bien entendu être placés dans un module ou enceinte unique fermé.

Un second exemple de réalisation d'un dispositif de stérilisation par plasma est illustré à la figure 8. Il concerne plus particulièrement la désinfection de surfaces. En effet, le procédé de l'invention permet la conception d'un dispositif de désinfection des surfaces, à l'air ambiant, pouvant être utilisé par exemple pour la désinfection des sols. Les temps nécessaires à la désinfection sont beaucoup plus courts que ceux exigés pour une stérilisation et permettent donc la mise au point d'un système de traitement de surfaces par déplacement de la zone de production du plasma. Dans ce cas, le traitement assure une désinfection poussée vis à vis de tous micro-organismes (bactéries, levures, moisissures et acariens) et il peut être inclus dans un dispositif de nettoyage car les objets à stériliser ne nécessitent pas d'être séchés avant le traitement de stérilisation.

Dans un tel dispositif de désinfection de surfaces, la zone de stérilisation n'est pas constituée par une enceinte fermée mais par la zone libre située immédiatement en aval de la zone de production du plasma. En effet, ce dispositif se présente sous la forme d'un balai 168 avec un manche 170 fixé sur un corps de balai 172 formant une enceinte protectrice pour les différents éléments nécessaires à la génération d'un plasma. Notamment, le système d'électrodes avec son électrode haute tension 174 et son électrode de masse pouvant être constituée d'une simple grille métallique 176. Les électrodes ont les mêmes caractéristiques que celles décrites dans le premier exemple de réalisation, l'électrode haute tension pouvant par exemple être réalisée sous la forme de pointes, de fil ou de fil comportant des pointes. Toutefois, pour des raisons d'efficacité, l'électrode haute tension 174 est ici doublée et forme ainsi un bilame comportant éventuellement des pointes au milieu duquel se fait l'arrivée du mélange gazeux. Par cette structure spécifique, le système d'électrodes crée ainsi deux rideaux de plasma dans l'espace inter-électrodes. Bien entendu, ce système d'électrodes peut être reproduit plusieurs fois en parallèle dans des dispositifs plus grands. L'alimentation des électrodes est effectuée avantageusement à partir d'une ou plusieurs batteries 178 intégrées au corps du balai 172.

5

10

15

20

25

30

Dans ce mode de réalisation, le mélange gazeux est constitué simplement par de l'air ambiant introduit dans le corps de balai par une entrée d'air externe 180 puis humidifié dans une recharge d'eau 182. Un compresseur d'air muni éventuellement d'un dispositif de filtration peut éventuellement être placée juste derrière l'entrée d'air avant la recharge d'eau.

Le principe de fonctionnement de ce balai 168 est analogue à celui régissant les enceintes précédentes. Le mélange gazeux constitué par l'air humidifié est transformé en plasma entre les électrodes et les espèces chimiques produites par la décharge couronne dans l'espace inter-électrodes sont véhiculées d'une part par le vent électrique qui est orienté de l'électrode à faible rayon de courbure (bilame de l'électrode à haute tension) vers l'électrode à fort rayon de courbure (grille de l'électrode de masse) vers la surface à désinfecter située en aval de l'électrode de masse et d'autre part par une circulation forcée. Il se produit alors une désinfection de la surface, l'évacuation du gaz se faisant naturellement au travers de la grille 176. Ce dispositif de désinfection peut comporter un système de roulement (non représenté) pour parcourir toute la surface considérée.

On notera que la circulation du gaz vecteur doit être répartie uniformément dans le système d'électrodes et notamment entre les deux électrodes à haute tension pour favoriser le renouvellement d'air et forcer le passage du gaz vecteur à travers les deux rideaux de plasma.

L'exemple suivant permettra de mieux apprécier l'efficacité du procédé de stérilisation par plasma selon l'invention dont l'effet stérilisant est comparé selon la composition du gaz vecteur et selon le type de spores bactériennes.

5

10

15

20

25

Des essais ont été effectués avec des indicateurs biologiques contenant des micro-organismes particulièrement résistants à la stérilisation par les gaz. Il s'agit de spores de *Bacillus subtilis* (provenant de la Collection de l'Institut Pasteur, CIP 77.18) et de spores de *Bacillus stearothermophilus* (provenant de la Collection de l'Institut Pasteur, CIP 52.81) inoculées sur des lamelles en verre. Chaque échantillon contient  $10^6$  spores du bacille.

Chaque indicateur biologique est placé dans la zone de stérilisation et exposé à un cycle de traitement. Pendant le traitement, le débit du mélange gazeux est de 0,2 litre / mn dans une zone de traitement de 0,5 litre à la pression atmosphérique et à la température ambiante. L'électrode à haute tension est une lame en acier de 5 cm de longueur portant des pointes sur toute sa longueur. L'électrode de masse est un disque en acier de 5 cm de diamètre. La distance inter-électrodes est de 10 mm. La décharge couronne est obtenue en appliquant une tension continue positive de 11 kV à l'électrode à haute tension.

Après avoir exposé les indicateurs biologiques à un cycle de traitement de 20 minutes, ils sont transférés stérilement sur un milieu nutritif. Les indicateurs biologiques contenant des spores de *Bacillus subtilis* sont incubés à 37°C pendant 15 heures. Les indicateurs biologiques contenant des spores de *Bacillus stearothermophilus* sont incubés à 56°C pendant 30 heures.

Composition du gaz vecteur	Humidité	% de spores de	% de spores de
2 cm. p 2 cm. p 2	[	Bacillus subtilis	Bacillus
			stearothermophilus
		restantes après	restantes après
		20 minutes	20 minutes
		de traitement	de traitement
20 % de O2 dans l'azote	100 %	*	0.01
	0 %	100	100
20 % de O2 dans l'argon	100 %	0.05	50
20 / 0 20 0 2 2332 2 4 5 5 5	0 %	100	100

<sup>\*</sup> moins de 1 spore restante

WO 00/54819 PCT/FR00/00644

On observe clairement que le procédé selon l'invention est particulièrement efficace lorsque le gaz vecteur contient une forte humidité relative. Au contraire, avec un procédé classique utilisant un gaz rare, tel que l'argon, l'effet sur les spores de *Bacillus subtilis* est relativement faible et voire très faible sur les spores de *Bacillus stearothermophilus*, ce qui ne permet d'obtenir un niveau de qualité suffisant pour une stérilisation.

5

10

15

20

25

30

Ainsi, l'invention concerne un procédé de stérilisation par plasma en post-décharge à température ambiante et à pression atmosphérique (ou une pression proche de la pression atmosphérique), au moyen d'une décharge couronne établie dans un mélange gazeux non-biocide contenant de l'oxygène et de l'azote, et en présence d'humidité. Ce procédé a un effet sporicide sur des spores de *Bacillus subtilis* comme de *Bacillus stearothermophilus* et cela en moins d'une heure. Ce procédé permet en outre de stériliser des objets et des surfaces quelles que soient leur forme et leur nature, métallique, composite et thermosensible.

La stérilisation par plasma de décharge couronne apparaît comme une technique innovante utilisable à la température ambiante, dans un gaz à la pression atmosphérique et sans résidus toxiques. Le procédé ainsi décrit est à la fois simple de conception, car l'enceinte n'a pas besoin de résister à des différences de pression importante, le système d'alimentation haute tension est à basse fréquence et le système d'alimentation en gaz est simplifié, et simple d'utilisation, car il n'y a pas de produits chimiques à manipuler avant et après le cycle de stérilisation et les risques de pollution sont limités. Il présente en outre un faible coût de fabrication du fait du recours à des atmosphères gazeuses et des structures d'électrodes simples.

Les applications proposées concernent essentiellement le domaine médical mais le procédé peut être étendu à bien d'autres applications industrielles, par exemple dans les domaines agroalimentaire ou pharmaceutique. La grande souplesse du dispositif permet en outre la stérilisation de surfaces des emballages, des produits ou des matériels de production, à la désinfection des zones de confinement ou de transfert. Le dispositif peut aussi être utilisé pour la décontamination des surfaces internes des systèmes d'air conditionné.

20

25

PCT/FR00/00644 WO 00/54819

#### REVENDICATIONS

- Procédé de stérilisation par plasma d'au moins un objet dans 1. lequel:
- a) on place le ou les objets à traiter (50) dans une enceinte de traitement 5 (10) soumise sensiblement à la pression atmosphérique,
  - b) on introduit dans cette enceinte de traitement un ou plusieurs mélanges gazeux non-biocides dont l'un au moins contient de l'humidité,
  - c) on crée un plasma produisant des espèces chimiques à partir d'un des mélanges gazeux en générant au moyen d'une alimentation haute tension (38) une décharge électrique entre une électrode à haute tension (36) et une électrode de masse (40), ces deux électrodes étant placées dans cette enceinte de traitement,
    - d) on achemine les espèces chimiques du plasma en dehors de la zone inter-électrodes (30), vers la surface du ou des objets à traiter (50), et
- e) on évacue les résidus gazeux résultant du traitement hors de l'enceinte 15 de traitement.
  - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce l'humidité est 2. introduite directement au niveau du ou des objets à traiter (50).
  - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'humidité est introduite au niveau de la zone inter-électrodes (30).
  - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, 4. caractérisé en ce que le mélange gazeux contient au moins 10% d'oxygène et 10% d'azote.
  - Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le mélange 5. gazeux est constitué par l'air ambiant.
  - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, 6. caractérisé en ce que le taux d'humidité relative au niveau du ou des objets à traiter (50) est compris entre 50% et 100%.
- Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le taux d'humidité relative au niveau du ou des objets à traiter (50) est supérieur ou égal à 30 90%.
  - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape b) 8. d'introduction du ou des mélanges gazeux dans l'enceinte de traitement (10) est effectuée de façon continue ou par intermittence.

- 9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'il est réalisé un contrôle du débit du ou des mélanges gazeux entrant dans l'enceinte de traitement (10).
- 10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape c) de création du plasma est précédée par une étape de circulation forcée du ou des mélanges gazeux dans l'enceinte de traitement (10).

10

15

20

- 11. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape d) d'acheminement des espèces chimiques du plasma vers la surface à traiter (50) est obtenue par l'utilisation du vent électrique créé par la décharge entre les deux électrodes (36, 40).
- 12. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape d) d'acheminement des espèces chimiques du plasma vers la surface à traiter (50) est obtenue par la création d'un écoulement forcé dans l'enceinte de traitement (10).
- 13. Dispositif de stérilisation par plasma d'au moins un objet, caractérisé en ce qu'il comporte :
- une première source de gaz (12) contenant un mélange gazeux non-biocide,
- au moins une enceinte de traitement (10) soumise à la pression atmosphérique comportant au moins une zone de stérilisation (10b, 32) dans laquelle sont placés le ou les objets à traiter (50), cette enceinte comportant en outre, dans au moins une zone de production du plasma (10a, 30) distincte de la zone de stérilisation, au moins deux électrodes (36, 40) reliées à une alimentation haute tension (38) pour créer un plasma produisant des espèces chimiques en générant une décharge électrique entre ces électrodes à partir du mélange gazeux introduit dans la zone de production du plasma, les espèces chimiques du plasma étant acheminées en dehors de la zone de production du plasma vers la surface de ou des objets à traiter et les résidus gazeux résultant du traitement étant évacués vers un système de récupération (22) par un orifice de sortie (44) de cette enceinte, et
- une chambre d'humidification (14) reliée en sortie d'une seconde source de gaz (12, 26) pour maintenir un taux d'humidité déterminé au niveau du ou des objets à traiter (50).
  - 14. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce que les première et seconde sources de gaz forment une source unique de gaz (12).

- 15. Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce que la zone de production du plasma (10a, 30) est reliée à cette source unique de gaz au travers de la chambre d'humidification (14).
- 16. Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce que la zone de production du plasma (10a, 30) est reliée directement à cette source unique de gaz (12), la zone de stérilisation (10b, 32) étant reliée à cette source unique de gaz au travers de la chambre d'humidification (14).

10

15

- 17. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce que la zone de stérilisation (10b, 32) est reliée à la seconde source de gaz (26) au travers de la chambre d'humidification (14), la zone de production du plasma (10a, 30) étant reliée directement à la première source de gaz (12).
- 18. Dispositif selon la revendication 16 ou la revendication 17, caractérisé en ce qu'il comporte un second capteur d'humidité relative (18b) placé en entrée de la zone de stérilisation (10b, 32).
- 19. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 15 à 17, caractérisé en ce qu'il comporte un premier capteur d'humidité relative (18a) placé en entrée de la zone de production du plasma (10a, 30).
  - 20. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 13 à 19, caractérisé en ce que le mélange gazeux contient au moins 10% d'oxygène et 10% d'azote.
  - 21. Dispositif selon la revendication 20, caractérisé en ce que le mélange gazeux est constitué par de l'air ambiant.
  - 22. Dispositif selon la revendication 21, caractérisé en ce que l'air ambiant est comprimé préalablement à son humidification.
- 23. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 13 à 22, caractérisé en ce que la zone de stérilisation (10b, 32) comprend un taux d'humidité relative compris entre 50% et 100%, avantageusement supérieur ou égal à 90%.
- 24. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 13 à 23, caractérisé en ce qu'il comporte au moins une électrode à fort rayon de courbure et une électrode à faible rayon de courbure, l'une étant une électrode à haute tension (36) et l'autre étant une électrode de masse (40).

- 25. Dispositif selon la revendication 24, caractérisé en ce que l'électrode à faible rayon de courbure est une électrode métallique pouvant présenter l'une des formes suivantes : fil, pointes ou fil comportant des pointes.
- 26. Dispositif selon la revendication 24, caractérisé en ce que l'électrode à fort rayon de courbure est une électrode métallique pouvant présenter l'une des formes suivantes : fil, plan, cylindre plein ou grille.

15

25

- 27. Dispositif selon la revendication 25 ou la revendication 26, caractérisé en ce que l'une ou l'autre des deux électrodes, ou les deux, sont recouvertes d'un revêtement diélectrique.
- 28. Dispositif selon la revendication 25 et la revendication 26, caractérisé en ce que l'électrode à haute tension est constituée par un fil (162) et en ce que l'électrode de masse est constituée par un cylindre grillagé (164) entourant ce fil.
  - 29. Dispositif selon la revendication 24, caractérisé en ce que les électrodes sont montées en un réseau d'électrodes parallèles, l'alimentation des électrodes à haute tension étant effectuée successivement ou de façon simultanée.
    - 30. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 13 à 29, caractérisé en ce que les électrodes sont à usage limité.
- 31. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 13 à 30, caractérisé en ce que l'alimentation haute tension (38) est assurée par un générateur basse fréquence délivrant une tension continue, en créneaux, alternative ou pulsée en temps.
  - 32. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce qu'il comporte plusieurs enceintes de traitement, chaque enceinte de traitement comportant au moins une zone de production de plasma (68; 70; 72; 132, 136, 138; 188) reliée de façon fixe ou non à au moins une zone de stérilisation (76; 78; 80; 166; 206), les zones de production de plasma étant reliées à une unité centrale commune (60) contenant au moins la première source de gaz non-biocide (12), la chambre d'humidification (14), le système récupérateur de résidus gazeux (22) et l'alimentation haute tension (38).
  - 33. Dispositif selon la revendication 32, caractérisé en ce que la zone de stérilisation (166; 206) de l'enceinte de traitement (74, 130) présente une forme spécialement adaptée à ou aux objets à stériliser (134, 140; 226, 228, 230) afin de limiter la production d'espèces chimiques nécessaires à la stérilisation et

d'optimiser la vitesse d'écoulement et la concentration de ces espèces stérilisantes autour de l'objet.

34. Dispositif selon la revendication 33, caractérisé en ce que l'enceinte de traitement (74) comporte un boîtier (186) de forme standard et contenant la zone de production du plasma (188), la zone de stérilisation étant formée par un support amovible (196) spécialement adapté à ou aux objets à traiter et logé dans ce boîtier.

5

10

15

20

25

- 35. Dispositif selon la revendication 32 ou la revendication 34, caractérisé en ce que la zone de stérilisation comprend des zones de propagation (200) de faible section permettant d'accélérer les espèces chimiques provenant de la zone de production du plasma (188) vers différentes parties du ou des objets à traiter.
- 36. Dispositif selon la revendication 32, caractérisé en ce que la zone de production du plasma est intégrée à l'objet à traiter dont elle en forme une partie.
- 37. Dispositif selon la revendication 32, caractérisé en ce que la zone de stérilisation est séparée de la zone de production du plasma et forme une enceinte indépendante (76, 78, 80).
- 38. Dispositif selon la revendication 32 ou la revendication 37, caractérisé en ce que une ou plusieurs des enceintes de traitement ou de stérilisation constituent un emballage autonome réutilisable, en forme de mallette de transport, permettant de conserver l'état stérile après traitement.
- 39. Dispositif selon la revendication 32 ou la revendication 37, caractérisé en ce que une ou plusieurs des enceintes de traitement ou de stérilisation constituent un emballage perdu, en forme de sac souple (220), la zone de stérilisation pouvant être séparée en plusieurs zones individualisées après le traitement (234, 236, 238), par découpe et scellement concomitant de parties déterminées de ce sac.
- 40. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 32 à 39, caractérisé en ce que tout ou partie du dispositif est placé dans une cage de Faraday.
  - 41. Dispositif selon la revendication 32, caractérisé en ce que l'unité centrale commune (60) comporte des moyens d'indication et de commande (84,

- 86, 88, 90) associés à chaque enceinte de stérilisation pour assurer un contrôle individuel de la stérilisation des objets qu'elle contient.
- 42. Dispositif selon la revendication 41, caractérisé en ce que l'unité centrale commune (60) comporte des moyens d'impression (96) pour imprimer une étiquette (94) sur lequel seront imprimés, pour chaque enceinte de stérilisation reliée à cette unité centrale, un numéro d'identification spécifique à chaque enceinte ainsi que la date du traitement et les paramètres du cycle de stérilisation effectué.

20

- de traitement ou de stérilisation est munie d'une étiquette électronique (98a) qui permet par l'intermédiaire d'un lecteur correspondant (98b) de l'unité centrale (60) de déterminer automatiquement les valeurs de débit de consigne et le courant de régulation adaptés à ou aux objets à traiter et de calculer le temps nécessaire à la stérilisation de ces objets.
- 15 44. Dispositif selon la revendication 43, caractérisé en ce que l'étiquette électronique comporte un capteur de vitesse pour mesurer la vitesse d'écoulement des espèces chimiques du plasma dans l'enceinte.
  - 45. Dispositif selon la revendication 43, caractérisé en ce que l'étiquette électronique comporte un capteur de mesure chimique.
  - 46. Application du dispositif des revendications 13 à 45 à la stérilisation d'objets de toute forme et de toute nature, notamment métallique, composite ou thermosensible.
    - 47. Application du dispositif des revendications 13 à 45 à la stérilisation des surfaces des emballages, des produits ou des matériels de production.
    - 48. Application du dispositif des revendications 13 à 45 à la décontamination des surfaces internes des systèmes d'air conditionné
    - 49. Application du dispositif des revendications 13 à 45 à la désinfection des zones de confinement ou de transfert.

·		
		•

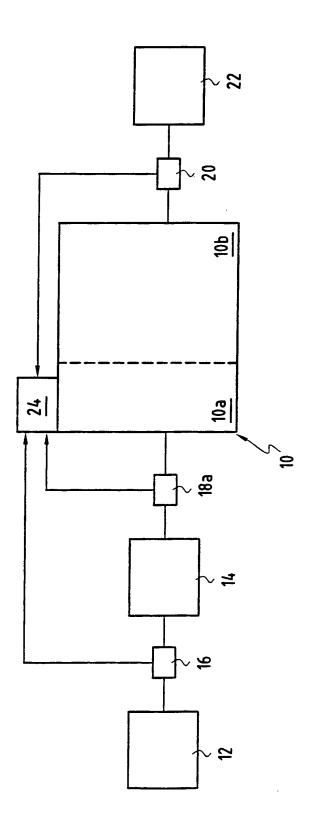
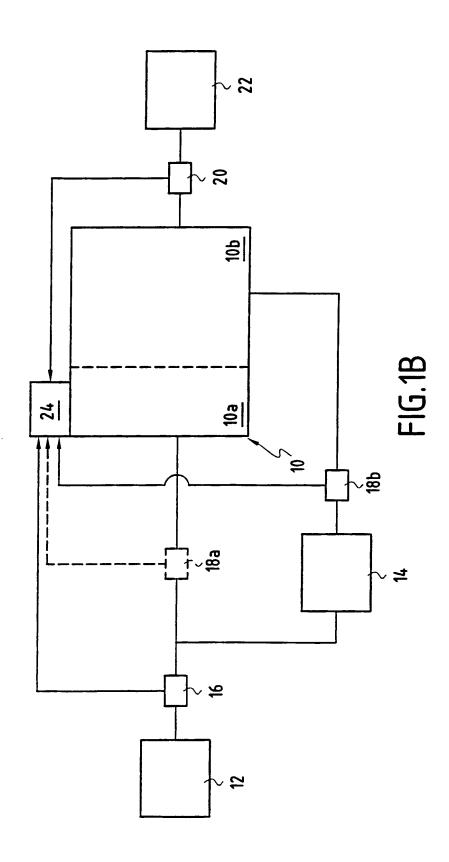
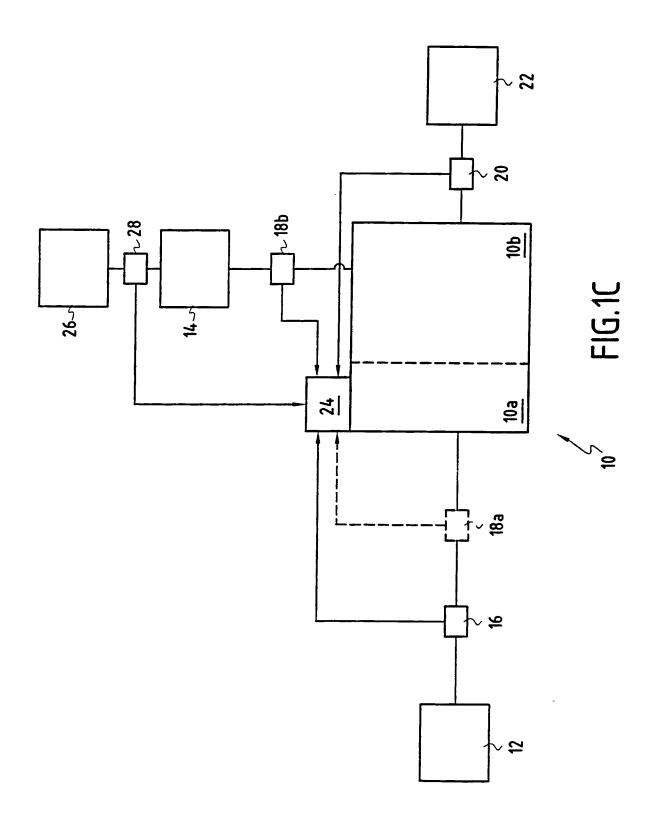


FIG.1A

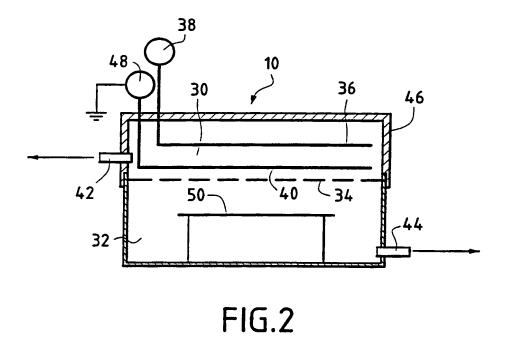
	•		
			•

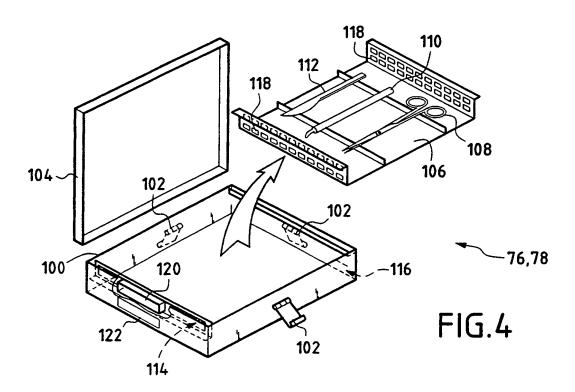


			•
			·
·			

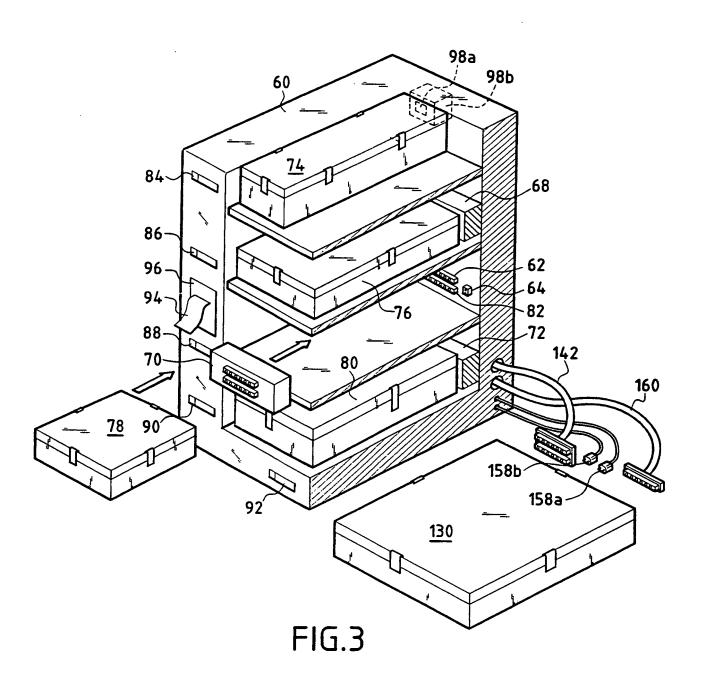


			٠
			•

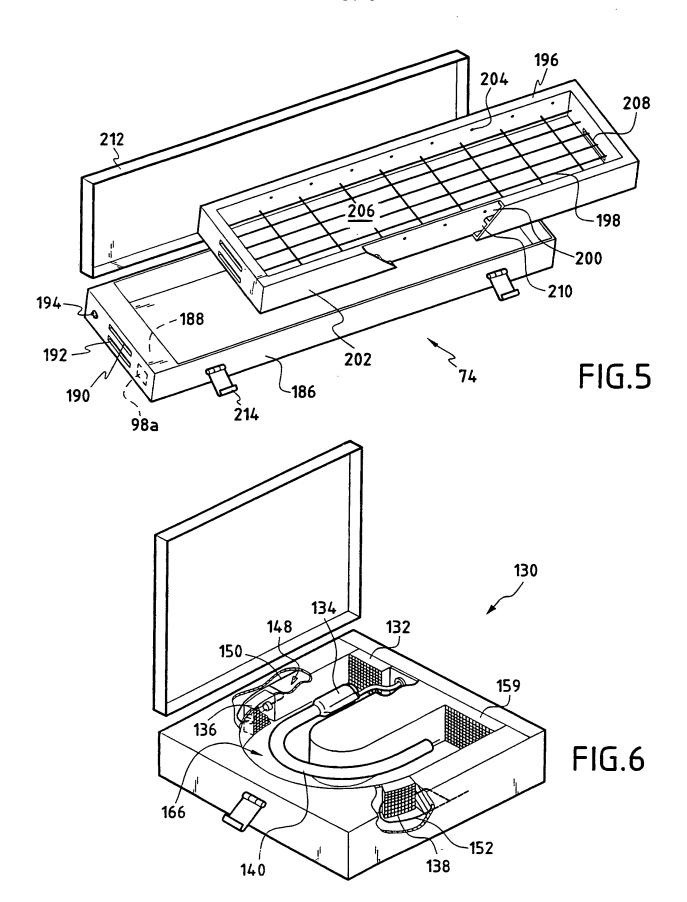




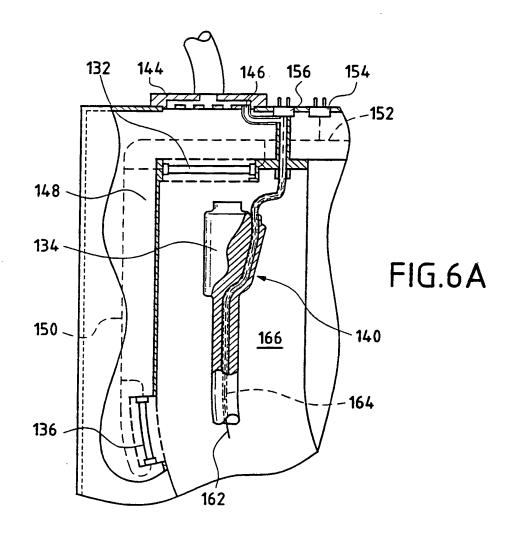
		•
		•

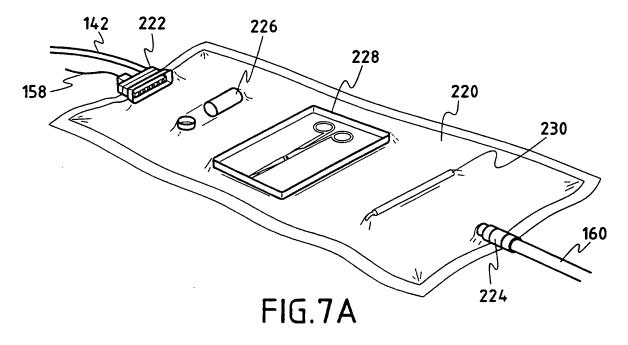


		•
		·

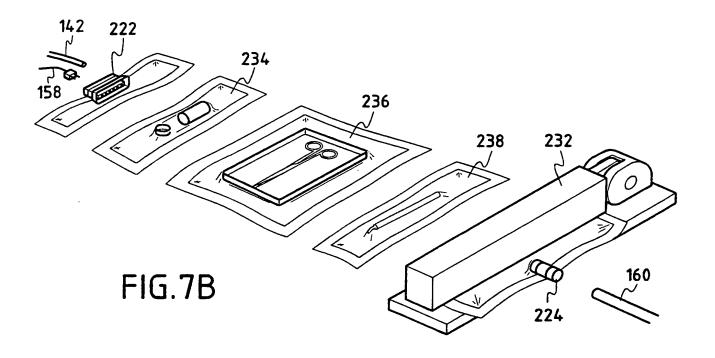


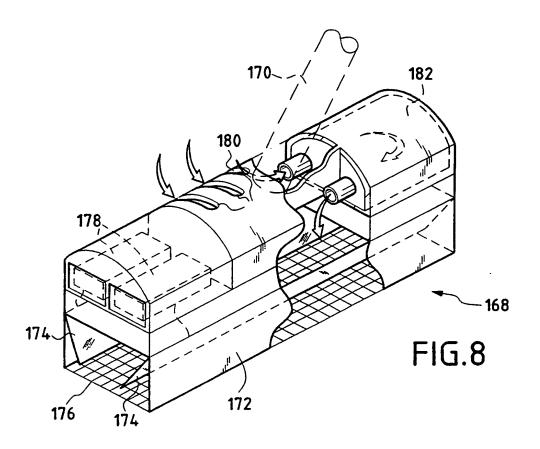
		·





		· ·
	٠	
		<b>*</b>
		•
	٠.	





••• •••			
			,
			٠
			-
			•

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT



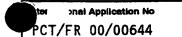
PCT-R 00/00644 . classification of subject matter PC 7 A61L2/14 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 A61L H05H Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Category \* Relevant to claim No. X US 5 633 424 A (GRAVES CLINTON G ET AL) 1-10,13, 27 May 1997 (1997-05-27) 20,21, 23-27, 29-31, 46-49 abstract column 2, line 26 - line 55 column 3, line 3 - line 62 column 6, line 14 - line 65 X US 5 200 158 A (JACOB ADIR) 1.4-6. 6 April 1993 (1993-04-06) 8-12 column 2, line 35 - line 53 column 3, line 17 - line 38 column 5, line 33 - line 51 column 15, line 10 - line 13 -/--X Further documents are listed in the continuation of box C. X Patent family members are listed in annex. Special categories of cited documents: T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance invention "E" earlier document but published on or after the international "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when document is combined with one or more other such document. "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or ments, such combination being obvious to a person skilled document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed in the art. \*&\* document member of the same patent family Date of the actual completion of the international search Date of mailing of the international search report 8 June 2000 16/06/2000

Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016

**Authorized officer** 

Menidjel, R

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT



		PC1/FR 00/00644
C.(Continue	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Ą	FR 2 759 590 A (MICROONDES SYST SA) 21 August 1998 (1998-08-21) cited in the application	1-14, 20-32, 35,37, 40,41, 46-49
	page 7, line 15 -page 8, line 30 page 10, line 23 - line 31 page 12, line 17 - line 24 figure 1	
1	US 3 948 601 A (FRASER SHEILA J ET AL) 6 April 1976 (1976-04-06)	1-15, 20-27, 29-31, 46-49
	abstract column 1, line 11 - line 68 column 2, line 62 - line 65	
A	EP 0 474 137 A (ABTOX INC) 11 March 1992 (1992-03-11) column 3, line 26 - line 45 column 8, line 37 - line 53 column 12, line 47 -column 13, line 3	1-12

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

nform n patent family members

PC N. R 00/00644

Patent document		Publication		Patent family	Dubling
cit d in search repo	ort	date		member(s)	Publication date
US 5633424	A	27-05-1997	AU	4962596 A	31-07-1996
			CA		18-07-1996
			EP	0800406 A	15-10-1997
			JP	11501530 T	
			WO.	9621473 A	09-02-1999
			US	5920799 A	18-07-1996
				5920/99 A	06-07-1999
US 5200158	Α	06-04-1993	US	4801427 A	31-01-1989
			US	4818488 A	04-04-1989
			US	5171525 A	15-12-1992
			US	5302343 A	12-04-1994
			US	5393490 A	28-02-1995
			US	5451368 A	19-09-1995
			US	5897831 A	27-04-1999
			ĀT	117210 T	15-02-1995
			AU	612644 B	
			UA	1485388 A	18-07-1991
			CA	1330700 A	26-09-1988
					19-07-1994
			CA	1334330 A	14-02-1995
			DE	3852799 D	02-03-1995
			DE	3852799 T	27-07-1995
			DK	592788 A	25-10-1988
			EP	0303682 A	22-02-1989
			EP	0596861 A	11-05-1994
			EP	0596862 A	11-05-1994
			JP	1502883 T	05-10-1989
			. JP	4031708 B	27-05-1992
			KR	9700508 B	13-01-1997
			NO	884722 A	23-12-1988
			WO	8806459 A	07-09-1988
			ÜS	4917586 A	17-04-1990
			ÜS	4931261 A	05-06-1990
			US	4909995 A	
			US	4898715 A	20-03-1990
			US		06-02-1990
				4943417 A	24-07-1990
			US	5087418 A	11-02-1992
			US	4976920 A	11-12-1990
FR 2759590	Α	21-08-1998	AU	6627698 A	08-09-1998
			MO	9835708 A	20-08-1998
US 3948601	A	06-04-1976	DE	2355474 A	12-06-1974
		•	DE	2365312 A	19-09-1974
			DE	2365313 A	27-03-1975
			FR	2209586 A	05-07-1974
			FR	2219792 A	27-09-1974
			GB	1404089 A	
			JP	49089396 A	28-08-1975
					27-08-1974
EP 0474137	A	11-03-1992	US	5084239 A	28-01-1992
			US	5244629 A	14-09-1993
			CA	2050368 A	01-03-1992
			DE	69120174 D	18-07-1996
			DE	69120174 T	21-11-1996
			JP	2780228 B	30-07-1998
			JP	5317390 A	03-12-1993
			ÜS	5413758 A	09-05-1995
			US	5645796 A	08-07-1997



### RAPPORT DE RECHENCHE INTERNATIONALE

PC1 00/00644

A. CL	ASSI	EMENT DE	L'OBJET	DE	LA	DEMANDE
CIB	7	A61L	2/14			DEMANDE

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

#### B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) CIB 7 A61L H05H

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relevent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisée)

C. DOCUMENTS	CONSIDERES	COMME	PERTINENTS
0.000	001101221120	O THIRT	

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
x	US 5 633 424 A (GRAVES CLINTON G ET AL) 27 mai 1997 (1997-05-27)	1-10,13, 20,21, 23-27, 29-31, 46-49
	abrégé colonne 2, ligne 26 - ligne 55 colonne 3, ligne 3 - ligne 62 colonne 6, ligne 14 - ligne 65	
x	US 5 200 158 A (JACOB ADIR) 6 avril 1993 (1993-04-06) colonne 2, ligne 35 - ligne 53 colonne 3, ligne 17 - ligne 38 colonne 5, ligne 33 - ligne 51 colonne 15, ligne 10 - ligne 13	1,4-6, 8-12
	-/- <del>-</del>	
	•	

Yoir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe
<ul> <li>"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (teile qu'indiquée)</li> <li>"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens</li> <li>"P" document publié avant la date de dépôt international, mais</li> </ul>	To document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention  "X" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément  "Y" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier  "&" document qui fait partie de la même famille de brevets
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
8 juin 2000	16/06/2000
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentiaan 2	Fonctionnaire autorisé
NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo ni, Fax: (+31-70) 340-3016	Menidjel, R

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

PCT/FR 00/00644

	rci/rk	00/00644
C.(sulta) D	OCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS	
Catégorie °	identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indicationdes passages pertinents	no, des revendications visées
A	FR 2 759 590 A (MICROONDES SYST SA) 21 août 1998 (1998-08-21) cité dans la demande	1-14, 20-32, 35,37, 40,41, 46-49
	<pre>page 7, ligne 15 -page 8, ligne 30 page 10, ligne 23 - ligne 31 page 12, ligne 17 - ligne 24 figure 1</pre>	
A	US 3 948 601 A (FRASER SHEILA J ET AL) 6 avril 1976 (1976-04-06)	1-15, 20-27, 29-31, 46-49
	abrégé colonne 1, ligne 11 - ligne 68 colonne 2, ligne 62 - ligne 65	
A	EP 0 474 137 A (ABTOX INC) 11 mars 1992 (1992-03-11) colonne 3, ligne 26 - ligne 45 colonne 8, ligne 37 - ligne 53 colonne 12, ligne 47 -colonne 13, ligne 3	1-12

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

e families de brevets

PC R 00/00644

	rche	Dat de publication		Membre(s) de la amille d brevet(s)	Date de publication
US 5633424	Α	27-05-1997	AU	4962596 A	31-07-1996
			CA	2208638 A	18-07-1996
			EP JP	0800406 A	15-10-1997
			WO	11501530 T 9621473 A	09-02-1999
			US	5920799 A	18-07-1996 06-07-1999
US 5200150		05.04.100			
US 5200158	Α	06-04-1993	US US	4801427 A	31-01-1989
			US	4818488 A 5171525 A	04-04-1989
			US	5302343 A	15-12-1992 12-04-1994
			US	5393490 A	28 <b>-</b> 02-1995
			ÜS	5451368 A	19-09-1995
			US	5897831 A	27-04-1999
			AT	117210 T	15-02-1995
			AU	612644 B	18-07-1991
			AU	1485388 A	26-09-1988
			CA	1330700 A	19-07-1994
			CA	1334330 A	14-02-1995
			DE	3852799 D	02-03-1995
			DE	3852799 T	27-07-1995
			DK	592788 A	25-10-1988
			EP Ep	0303682 A 0596861 A	22-02-1989
			EP	0596862 A	11-05-1994
			ĴΡ	1502883 T	11-05-1994 05-10-1989
			JP	4031708 B	27 <b>-</b> 05-1992
			KR	9700508 B	13-01-1997
			NO	884722 A	23-12-1988
			WO	8806459 A	07-09-1988
			US	4917586 A	17-04-1990
			US	4931261 A	05-06-1990
			US	4909995 A	20-03-1990
			US	4898715 A	06-02-1990
			US US	4943417 A 5087418 A	24-07-1990
			US	4976920 A	11-02-1992 11-12-1990
FR 2759590	A	21-08-1998	A 11	<del></del>	***************************************
. K 2733330	^	21-00-1990	UA WO	6627698 A 9835708 A	08-09-1998
UO 000000				· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	20 <del>-</del> 08-1998
US 3948601	Α	06-04-1976	DE	2355474 A	12-06-1974
			DE	2365312 A	19-09-1974
			DE	2365313 A	27-03-1975
			FR	2209586 A	05-07-1974
			FR GB	2219792 A 1404089 A	27-09-1974
			JP	1404089 A 49089396 A	28-08-1975 27-08-1974
					27-00-19/4
EP 0474137	Α	11-03-1992	US	5084239 A	28-01-1992
			US	5244629 A	14-09-1993
			CA	2050368 A	01-03-1992
			DE De	69120174 D 69120174 T	18-07-1996
			JP	2780228 B	21-11-1996
					30-07-1998
			.1P	531730N A	03_12_1002
			JP US	5317390 A 5413758 A	03-12-1993 09-05-1995

		Ì		
				r
<b>i</b>				• • •
	·			
				•
				•